

Kernmagnetische Impulsspektrometrie bei hohen Feldern und Frequenzen Verbesserung der Kurzzeit-Auflösung

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines
DOKTOR-INGENIEURS
der Abteilung für Elektrotechnik
an der Ruhr-Universität Bochum

von

Dipl.-Ing. Heinz-Dieter Zeiger

aus

Essen-Bredeney

Bochum 1968



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41546621_0043

Kernmagnetische Impulsspektrometrie bei hohen Feldern und Frequenzen Verbesserung der Kurzzeit-Auflösung

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines
DOKTOR-INGENIEURS
der Abteilung für Elektrotechnik
an der Ruhr-Universität Bochum

von

Dipl.-Ing. Heinz-Dieter Zeiger

aus

Essen-Bredeney

Bochum 1968

Dissertation eingereicht am: 22. Mai 1968

Tag der mündlichen Prüfung: 5. Dezember 1968

Referent: Prof. Dr. rer. nat. G. Laukien

Korreferent: Prof. Dr.-Ing. habil. W. Wiechowski



I N H A L T

=====

	<u>Seite</u>
Verzeichnis der Abkürzungen	4
1. Einleitung	7
2. Physikalische Grundlagen: Die Kernrelaxationszeiten T_1 und T_2 und Methoden zu ihrer Bestimmung	11
3. Zusammenfassung der Probleme bei der Messung kürzester Relaxationszeiten	17
4. Aufbau eines Impulsspektrometers zur Messung kernmagnetischer Relaxationszeiten unter besonderer Berücksichtigung der Meßmöglichkeit kürzester Spin - Spin - Relaxationszeiten	
4.1 Gesamtaufbau der Apparatur	27
4.2 Impulsgenerator	32
4.3 Erzeugung der phasenkohärenten Hochfrequenzimpulse ("Oszillatoreinschub")	34
4.4 Leistungsverstärker (m. Frequenzvervielfachern)	40
4.5 Probenkopf	53
4.6 Empfangsverstärker	60
4.7 Stromversorgung des Spektrometers	77
4.8 Transistorisierung der einzelnen Einheiten des Spektrometers	79
4.9 Magnet und Polschuhe; Messung der Homogenität des Magnetfeldes B_0	87
4.10 Erhöhung der Homogenität des Magnetfeldes B_0 mit Hilfe von Stromshims	92
5. Meßergebnisse für einige spezielle Fälle und Bemerkungen dazu	95
6. Zusammenfassung	106
Anhang: Berechnung der Senderleistung aus der Flankensteilheit des HF-Impulses	109
Lebenslauf	113

Verzeichnis der Abkürzungen

a	Durchmesser der Probenspule
b_1	Bandbreite einer Stufe im Empfangsverstärker
B_0	Flußdichte des äußeren Magnetfeldes für den Resonanzfall (hier in Gauss angegeben; $1 \text{ G} = 10^{-4} \text{ T}$)
B_1	Flußdichte des für die Drehung der Magnetisierung wirk- samen Magnetfeldes
B_z	Flußdichte des äußeren Magnetfeldes in z-Richtung
δB	natürliche Linienbreite der Probe
δB_{dd}	Abstand zweier Linien (aufgrund von Dipol-Dipol-Wechsel- wirkung)
ΔB	Halbwertsbreite der Inhomogenitätsverteilung des äußeren Magnetfeldes B_0
ΔB_2^2	zweites Moment des Spektrums (mittleres Quadrat der Linienbreite)
C_{12e}	Rückwirkungskapazität einer Transistorstufe in Emitter- schaltung
d_0	mittlerer Durchmesser der Shimsulen
$\hbar = h/2\pi$	h Plancksches Wirkungsquantum
H	magnetische Feldstärke in einer Zylinderspule
I	Kernspinquantenzahl
I_{opt}	Shimsulenstrom für größte Homogenität des Magnetfeldes B_0
k	Boltzmann-Konstante
l	Länge der Probenspule
M	Magnetisierung
M_0	Gleichgewichtsmagnetisierung in dem in z-Richtung liegenden Magnetfeld B_0
n	Anzahl der zu untersuchenden Kerne pro cm^3 einer Probe
n_p	Anzahl der Perioden eines ausklingenden Hochfrequenz- impulses für ein Abfallen der Schwingungsweite auf den Wert $1/e$ ($\approx 37 \%$) des Ausgangswertes
P	Polschuhabstand

$P(b)$	Verteilungsfunktion der magnetischen Flußdichte $b = B - B_0$ mit dem Mittelwert $\bar{b} = 0$
Q	Güte eines Resonanzkreises
r (bzw. r_{pp})	Abstand zweier nächstbenachbarter Kerne (Protonen)
$Rö$	Röhre
t_i	Dauer eines Hochfrequenzimpulses (z.B. t_{90} Impulsdauer für einen 90° -Impuls)
t_t	Totzeit (Wiedererholzeit) der Apparatur
t_v	Abstand zweier Impulse (Zeitspanne zwischen Imp. I und Imp. II)
t_0	Abstand der ersten Nullstelle von $M(t)$ nach dem 90° -Impuls
$t_1 \dots t_4; t_{II}$	Zeitspannen (Kap. 3 und 4.5)
T	Zeitkonstante (in Kap. 4.6 absolute Temperatur)
$T_a; T_b; T_e$	Zeitkonstanten des Impulsabfalls
T_R	Abfallzeit (90 %...10 %) eines HF-Impulses
$T_{1/2}$	Halbwertsbreite eines Spin-Echos
T_1	longitudinale Relaxationszeit (Spin-Gitter-Relaxationszeit)
T_2	transversale Relaxationszeit (Spin-Spin-Relaxationszeit)
Δt	Verzögerungszeit (einer Verzögerungsleitung zur Phasenschiebung)
$\Delta t_{i \min}$	kleinstmögliche Änderung der Dauer eines Impulses
v_1	Verstärkung einer Stufe im Empfangsverstärker
V	Volumen innerhalb der Probenspule ($V = A \cdot l$)
V_p	Probenvolumen
w	Windungszahl der Probenspule
Z_L	Wellenwiderstand eines Kabels

α	Drehwinkel der Magnetisierung (z.B. α_I Drehwinkel der Magnetisierung durch Impuls I)
γ	Gyromagnetisches Verhältnis des betrachteten Kerns
θ	Winkel zwischen der Bindungsrichtung zweier benachbarter Kerne und dem äußeren Feld B_0
κ	Leitfähigkeit
λ (1%)	Eindringtiefe (Abnahme auf 1%)
λ_L	Leitungswellenlänge
μ	kernmagnetisches Moment
$\Delta\varphi$	Phasenwinkeländerung
ω_0	Larmor-Kreisfrequenz
$\delta\omega_{1/2}$	Halbwertsbreite der Absorptionslinie

In den Schaltbildern erfolgt die Angabe der Widerstände in Ohm (z.B. 3,9 k für 3,9 k Ω), die der Kapazitätswerte der Kondensatoren in Farad (z.B. 10 n für 10 nF).

Literaturhinweise zwischen Schrägstrichen / /;

Hinweise auf Kapitel in diesem Bericht in runden () Klammern.

Anmerkung zu den vom Oszillographenbildschirm abfotographierten Registrierungen:

Infolge optischer Verkleinerung der Registrierungen zum Zweck der Drucklegung der Arbeit ist die Teilung 1 cm des Oszillographenbildschirms hier entsprechend verkürzt wiedergegeben; die angegebenen Ablenkungsmaßstäbe beziehen sich jeweils auf die Teilung auf dem Oszillographenbildschirm.

1. Einleitung

Kernmagnetische Resonanzen an festen, flüssigen und gasförmigen Proben können prinzipiell mit zwei verschiedenen Verfahren nachgewiesen werden: Bei dem kontinuierlichen Verfahren läßt man üblicherweise ein schwaches Hochfrequenzfeld auf die Probe einwirken, mißt die absorbierte Leistung in Abhängigkeit von der Frequenz (oder des Magnetfeldes B_2) und erhält so die "Resonanzlinie". Bei der Impulsmethode dagegen wirkt das Hochfrequenzfeld in Form von kurzen, intensiven Impulsen auf die Probe ein, und man beobachtet die von der Probe unmittelbar nach Abschalten des Impulses in einer Empfangsspule induzierte Spannung (freier Induktionsabfall, Bloch-Abfall); dabei arbeitet man bei konstantem Magnetfeld und fester Frequenz. - Die beiden Methoden liefern die gleiche Information in dem Sinne, daß das eine Signal die Fourier-Transformierte des anderen Signals ist.

Der Aufbau eines für vollkohärente Betriebsweise ausgelegten Impulsspektrometers für Betrieb bei 120; 180; 240 MHz - also Frequenzen, die vergleichsweise hoch sind gegenüber den üblicherweise verwendeten - zur Untersuchung des insbesondere bei Festkörpern sehr kurzen freien Induktionsabfalls war Hauptaufgabe der vorliegenden Arbeit. Im Anschluß an die Verbesserung der Homogenität des bei 180 MHz für Protonen erforderlichen Magnetfeldes ($B_0 = 42,3$ kG) an einem Eisenmagneten wurde mit der Apparatur u.a. die Protonenrelaxation in Gipseinkristallen untersucht.

Die Absorptionsmethode /1 - 6/ hat sich für schmale Linien (ausreichende Homogenität des Magnetfeldes vorausgesetzt) gut bewährt, jedoch sind bei extrem breiten Linien (bei Linienbreiten größer als einige Gauss) die Signale schwach, und man muß eine Modulationsmethode benutzen; man erhält dadurch die Ableitung des eigentlichen Signals. Weiterhin ist für viele Proben mit breiten Linien die Spin-Gitter-Relaxationszeit (T_1) lang; dann besteht die Gefahr einer Veränderung der Resonanzlinienform, bewirkt durch die Sättigung der Absorption durch das anliegende Hochfrequenzfeld. - In imperfekten kubischen Kristallen mit Kernen, deren Spin $I \geq 1$ ist, besteht zwischen Kern und kristallelektrischem Feldgradienten eine Quadrupolwechselwirkung, die sich im Auftreten sogenannter Satellitenlinien /7/ auswirkt; auf Grund quadrupolarer Verbreiterung sind die Linien sehr verwischt, und die Möglichkeit der Untersuchung mittels kontinuierlicher Kernresonanzmethoden ist stark begrenzt /8/; im Gegensatz dazu gelingt es mit der Spin-Echo-Technik detaillierte Informationen über Breite und Form /9/ der Linien zu erhalten.

-
- /1/ A. Lösche, Kerninduktion (Berlin 1957)
 - /2/ G. Laukien, Handb. der Physik 38/1 (Berlin, Göttingen, Heidelberg 1958)
 - /3/ A. Abragam, The Principles of Nuclear Magnetism (Oxford 1961)
 - /4/ Ch. Slichter, Principles of Magnetic Resonance (New York 1963)
 - /5/ H. Strehlow, Magn. Kernres. u. chem. Struktur (Darmstadt 1962)
 - /6/ H. Pfeifer, Wiss. Z. d. Karl-Marx-Univ. Leipzig 14, 907 (1965)
 - /7/ A. Abragam, The Principles of Nuclear Magnetism, S. 241 (1961)
 - /8/ I. Solomon, Phys. Rev. 110, 61 (1958)
 - /9/ Bonera, Avogadro, Borsari, Phys. Rev. 165, 391 (1968)

Im Impulsexperiment /10 - 12/ wird die Probe in einem Gleichfeld $(0, 0, B_0)$ einem dazu senkrecht verlaufenden hochfrequenten Wechsel-
feld mit der Frequenz

$$\omega_0 = \gamma \cdot B_0 \quad \left\{ \begin{array}{ll} \omega_0 & \text{Larmor-Kreisfrequenz} \\ B_0 & \text{Flußdichte des äußeren Magnetfeldes} \\ \gamma & \text{Gyromagnetisches Verhältnis}^{x)} \end{array} \right.$$

für eine Zeit t_1 ausgesetzt, die z.B. so lang ist, daß der Magnetisierungsvektor $M^{xx)}$ um einen Winkel von 90° aus der z-Richtung in die y-Achse gedreht wird, die aber so kurz ist, daß alle Relaxationen während des Impulses vernachlässigt werden können. Die transversale Relaxationszeit kann dann bei ausreichender Homogenität des Magnetfeldes B_0 (sonst siehe Ziffer 2) gemessen werden durch die Zeitkonstante T_2 des Abfalls des Kernsignals (d.h. der transversalen Magnetisierung). - Die Linienbreite δB ist definiert als der Abstand zwischen den Extremwerten der abgeleiteten Kurve; für eine Gaussche Resonanzlinienform gilt:

$$T_2 = \frac{2^{3/2}}{\gamma \cdot \delta B} ,$$

für Protonen:

$$\frac{T_2}{\mu s} = \frac{106}{\frac{\delta B}{G}} .$$

Für Protonen und eine Linienbreite von 25 Gauss wird also gefordert:

$$t_1 \ll 4 \mu s .$$

x) Das Gyromagnetische Verhältnis γ ist hier als Verhältnis der Larmor-Kreisfrequenz zur Flußdichte des äußeren Magnetfeldes definiert.

xx) Die Größe M (Größenart magnetische Feldstärke) wurde hier beibehalten:

$$M = (B - B_0) / \mu_0 .$$

/10/ Bloch, Hansen, Packard, Phys. Rev. 70, 474 (1946)

/11/ Torrey, Phys.Rev. 75, 1326; 76, 1059 (1946)

/12/ E. Hahn, Phys.Rev. 80, 530 (1950)

/13/ Powles, Strange, Proc. Phys. Soc. 62, C (1963)

Praktisch bedeutet das, daß man bei einer Linienbreite von 25 Gauss eine Impulsdauer $t_i < 1 \mu\text{s}$ haben muß /13/; dazu sind intensive Hochfrequenzimpulse mit steilen Flanken erforderlich. Nun soll aber das Kernsignal von einer Zeit nach Impuls - "Ende" ab zu beobachten sein, die kurz gegen T_2 ist; die Spannungen an der Probenspule liegen bei 1000 V und darüber, die des Kernsignals jedoch meist noch unter $100 \mu\text{V}$. Um einen möglichst großen Teil des Bloch-Abfalls bei Proben mit breiten Linien (also kurzen transversalen Relaxationszeiten) sichtbar machen zu können, wird weiterhin für die Wiedererholzeit t_t der Apparatur nach Impulsende gefordert:

$$t_t \lesssim 1 \mu\text{s}.$$

Zur Erfüllung insbesondere der letzten Forderung wurden für den Betrieb des Spektrometers hohe Frequenzen, bei denen das Nachschwingen der einzelnen Stufen im Anschluß an den intensiven Hochfrequenzimpuls schneller abklingt, gewählt. Dabei seien noch zwei weitere Vorteile hervorgehoben, die sich allgemein bei der Messung mit Spektrometern bei vergleichsweise hohen Frequenzen ergeben:

- 1) Bei einigen speziellen Anwendungsfällen steht von einer Probe (z.B. aus experimenteltechnischen Gründen) nur eine sehr kleine Menge zur Verfügung; dann ist von Bedeutung, daß die (auf gleiches Probevolumen bezogene) Empfindlichkeit der bei hohen Frequenzen arbeitenden Spektrometer höher ist. (Das Signal/Rausch-Verhältnis nimmt etwa wie $\omega^{3/2}$ zu für sonst gleiche Bedingungen).
- 2) Die sog. chemische Verschiebung (chemical shift), die durch Wechselwirkung zwischen den Kernen und den Hüllenelektronen eines Atoms, Ions oder Moleküls zustande kommt, läßt sich wegen der verhältnismäßig großen Breiten der Kernresonanzlinien in Festkörpern bei niedriger magnetischer Flußdichte B_0 (also mit Spektrometern niedriger Betriebsfrequenz) häufig nicht nachweisen; die chemische Verschiebung ist jedoch proportional der Flußdichte B_0 des äußeren Magnetfeldes und damit in vielen Fällen bei hohen Betriebsfrequenzen meßbar.

2. Physikalische Grundlagen: Die Kernrelaxationszeiten T_1 und T_2 ===== und Methoden zu ihrer Bestimmung.

In einem Magnetfeld B_0 spaltet die Energie von Atomkernen mit der Kernspinkquantenzahl I in $(2I + 1)$ Energieniveaus auf. Im thermischen Gleichgewicht werden die Besetzungszahlen durch eine Boltzmann-Verteilung gegeben. Bei Einstrahlung eines magnetischen Wechselfeldes der Kreisfrequenz $\omega_0 = \gamma \cdot B_0$ strebt das System zur Gleichverteilung. Die zeitliche Änderung der mikroskopisch beobachtbaren Magnetisierung wird dabei durch die Blochschen Differentialgleichungen beschrieben:

$$\frac{dM_x}{dt} = \gamma \left\{ M_y B_0 + M_z B_1 \sin \omega_0 t \right\} - \frac{M_x}{T_2}$$

$$\frac{dM_y}{dt} = \gamma \left\{ M_z B_1 \cos \omega_0 t - M_x B_0 \right\} - \frac{M_y}{T_2}$$

$$\frac{dM_z}{dt} = \gamma \left\{ -M_x B_1 \sin \omega_0 t - M_y B_1 \cos \omega_0 t \right\} - \frac{M_z - M_0}{T_1}.$$

M_x , M_y , M_z sind die momentanen Werte der Magnetisierung, M_0 die Gleichgewichtsmagnetisierung in dem in z-Richtung liegenden Magnetfeld B_0 , und $2 B_1$ ist die Amplitude ^{x)} des mit der Kreisfrequenz ω_0 eingestrahlten Hochfrequenzfeldes. Die Terme in geschweiften Klammern be-

x) Man setzt zur Vereinfachung der Schreibweise $B_{1x}(t) = 2 B_1 \cdot \cos \omega_0 t$. Dieses Feld kann man sich zusammengesetzt /1/ denken aus zwei in der xy-Ebene gegeneinander rotierende Felder der Frequenz ω_0 und der Amplitude B_1 . Eines dieser beiden rotierenden Magnetfelder hat denselben Drehsinn wie die um die z-Achse präzedierenden Kerne; das andere gegenläufige hat auf die Kerne keinen Einfluß und kann vernachlässigt werden.

schreiben den Einfluß des Hochfrequenzfeldes auf die im statischen Felde B_0 präzedierenden Kernmomente. Die übrigen Relaxationsterme berücksichtigen die Geschwindigkeit, mit der ein Kernsystem außerhalb des Gleichgewichts sich dem Gleichgewicht durch Relaxation nähert. Darin treten die beiden Zeitkonstanten T_1 und T_2 auf, die als longitudinale und transversale Relaxationszeiten bezeichnet werden. T_1 , auch Spin - Gitter - Relaxationszeit genannt, ist dabei eine Zeitkonstante für die Geschwindigkeit, mit der die durch Einstrahlung dem Spin - System zugeführte Energie an die übrigen Freiheitsgrade der Substanz, an das "Gitter", wieder abgegeben wird, mit der also das System durch Energieabgabe an das Gitter von der Gleichverteilung zum Zustand der Gleichgewichtsverteilung strebt. T_2 , auch als Spin - Spin - Relaxationszeit bezeichnet, ist die Zeitkonstante, mit der die durch anfängliche Phasenübereinstimmung der Spins entstandene zu B_0 transversale Magnetisierung durch statistischen Phasenausgleich ihrem Gleichgewichtszustand null zustrebt /2/.

Die Messung der Relaxationszeiten T_1 und T_2 kann sowohl mit Hilfe des kontinuierlichen als auch des impulstechnischen Verfahrens erfolgen. In der k o n t i n u i e r l i c h e n Kernresonanz kann T_1 ($> 10^{-2}$ s) aus einer Sättigungsmessung /3/ bestimmt werden. T_2 kann man durch eine Linienbreitenmessung bestimmen; für den Fall schwacher Einstrahlung hat die Absorptionskurve eine Halbwertslinienbreite

$$\delta \omega_{1/2} = \frac{2}{T_2} .$$

/2/ H. Strehlow, Berichte der Bunsenges. 67, 250 (1963)

/3/ Bloembergen, Purcell, Pound, Phys. Rev. 73, 679 (1948) und
I. Ward, Trans. Faraday Soc. 56, 648 (1960)

Die Genauigkeit der Bestimmung von T_2 aus der Breite einer Resonanzlinie ist jedoch begrenzt durch die unvermeidbare Inhomogenität des äußeren Magnetfeldes, die eine Linienverbreiterung verursacht; nur wenn diese klein ist gegen die natürliche Linienbreite, kann man T_2 mit Hilfe der obigen Beziehung bestimmen. Bei Kernresonanzlinien von Flüssigkeiten ist diese Bedingung meist nicht erfüllbar, da hierbei (wegen einer natürlichen Linienbreite von einigen 10^{-9} der Einstrahlungsfrequenz) die Inhomogenität des Magnetfeldes $\frac{\Delta B}{B_0} < 10^{-9}$ sein müßte. In solchen Fällen ist die Messung von T_2 mit Hilfe des Spin-Echo-Verfahrens, bei der die Magnetfeldinhomogenität das Meßergebnis nicht verfälscht, die einzig mögliche Meßmethode. - Die Impulsmethode erlaubt auf einfache Weise weiterhin die Messung von Spin - Gitter - Relaxationszeiten T_1 - auch für $T_1 < 10^{-2}$ s.

Bei dem S p i n - E c h o - Verfahren wird der makroskopische Magnetisierungsvektor M , den man sich als resultierendes Moment der Summe der infinitesimalen Momente vorstellen kann, mit Hilfe eines Hochfrequenzimpulses der Dauer t_1 und der Intensität B_1 um einen Drehwinkel

$$\alpha = \gamma \cdot B_1 \cdot t_1$$

gedreht (B_1 steht in dem mit der Winkelgeschwindigkeit $\omega_0 = \gamma \cdot B_0$ um die z-Achse rotierenden Koordinatensystem $x' y' z$ in x' -Richtung, siehe Bild 2.1; Genauerer in /4/).

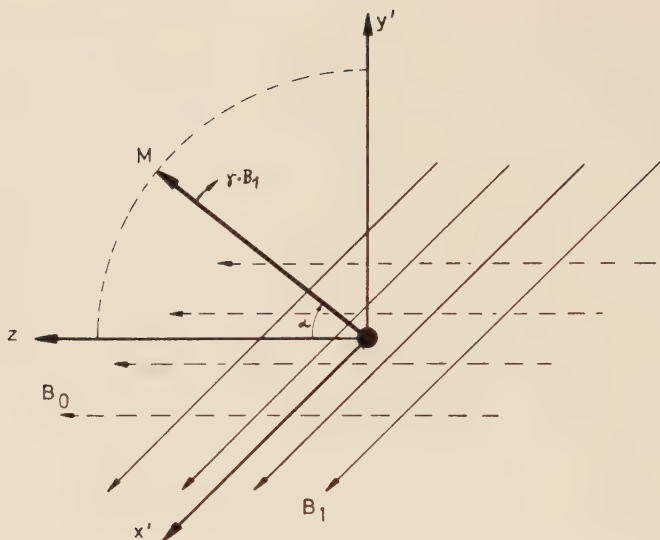


Bild 2.1 Bewegungsablauf der Magnetisierung M unter Einwirkung eines Feldes B_1 in dem mit der Winkelgeschwindigkeit $\omega_0 = \gamma \cdot B_0$ um die z -Achse rotierenden Koordinatensystem x', y', z .

Wird in einem derartigen Impulsexperiment mit $\alpha = 90^\circ$ ("90°-Impuls") die Magnetisierung von der z -Richtung in die als Beobachtungsebene dienende $x - y$ - Ebene gedreht, so induziert der nach Ausklingen des Hochfrequenzimpulses frei präzedierende Magnetisierungsvektor eine Signalspannung, aus deren zeitlichem Verlauf man bei ausreichender Homogenität des Magnetfeldes B_0 (Inhomogenität $\Delta B \ll \delta B$, die natürliche Linienbreite der Probe) unmittelbar die transversale Relaxationszeit T_2 bestimmen kann; diese Voraussetzungen sind meist bei Proben mit kurzen Relaxationszeiten T_2 (d.h. bei großen Linienbreiten) erfüllt. - Bei nicht ausreichender Homogenität des Magnetfeldes B_0 befinden sich einzelne Kernmomente in etwas unterschiedlichen Magnetfeldern und präzedieren nun nicht alle mit $\omega_0 = \gamma \cdot B_0$, sondern einzelne haben eine größere, andere eine kleinere Winkelgeschwindigkeit.

Die infinitesimalen Momente fächern in der $x - y$ - Ebene aus, die in der Empfangsspule induzierte Spannung klingt in einer durch die Inhomogenität des Magnetfeldes bestimmten Zeit (siehe Kap. 4.9) ab. Durch einen zu einer Zeit t_v nach dem ersten (90° -) Impuls gegebenen zweiten Impuls mit $\alpha = 180^\circ$ (180° -Impuls)^{x)} kann man den ganzen Bewegungsablauf umkehren, und alle Kernmomente kommen nach der Zeit $2 t_v$ wieder phasenrichtig zusammen, bevor sie erneut auseinanderfächern; in der Beobachtungsspule wird ein Signal, das sogenannte "Spin-Echo", gemessen, dessen Maximalwert um den Faktor $\exp(-2t_v/T_2)$ geschwächt ist. Aus dem Verhältnis der Maximalwerte aufeinanderfolgender Echos kann man die Relaxationszeit T_2 der Probe erhalten, ohne daß dieser Wert durch die Inhomogenität des Magnetfeldes B_0 verfälscht wäre. Man benötigt hierbei also eine $90^\circ - 180^\circ$ - Impulsfolge, bei der man in verschiedenen Experimenten den Abstand t_v der beiden Impulse verändert. (Auf die hiermit mögliche Messung des Selbstdiffusionskoeffizienten sei nur /5, 6/ hingewiesen). - Bei dem Carr - Purcell - Verfahren /6/ wird eine $90^\circ - 180^\circ - 180^\circ \dots$ Folge verwendet, die Einhüllende der Echomaxima ist eine Exponentialfunktion mit der Zeitkonstante T_2 . Die von Gill und Meiboom /7/ verbesserte Carr-Purcell-Methode erfordert eine $90^\circ - 180^\circ - 180^\circ \dots$ Folge, bei der eine 90° - Phasenverschiebung des hochfrequenten Wechselfeldes des ersten Impulses gegenüber dem der anderen Impulse eingeführt wird. - Hier sei nicht näher auf die Vorteile und Einschränkungen in der Verwendbarkeit der einzelnen Verfahren eingegangen; Ausführliches ist bei /4; 6-8/ zu finden.

x) Einige speziell bei Festkörpern auftretende Besonderheiten sind in (5) behandelt.

/5/ McCall, Douglass, Anderson, Ber.d.Bunsenges. 67, 356 (1963)

/6/ Carr, Purcell, Phys. Rev. 94, 630 (1954)

/7/ Meiboom, Gill, Rev. Sci. Instr. 29, 688 (1958)

/8/ Kosfeld, Oehlmann, Z. Instr. 74, 115 (1966)

Die longitudinale Relaxationszeit T_1 wird (nach Beseitigung der Anfangsmagnetisierung in Feldrichtung) aus dem zeitlichen exponentiellen Anwachsen der Komponente der Magnetisierung M_z in Richtung des magnetischen Gleichfeldes B_0 bestimmt. Hierzu werden entweder zwei aufeinanderfolgende 90° - Impulse oder ein 180° - Impuls und ein 90° - Impuls verwendet und die freie Induktion nach dem zweiten Impuls in Abhängigkeit von der Zeit zwischen diesen Impulsen beobachtet. Eine Variante der 90° - 90° - Methode benutzt einen zusätzlichen 180° - Impuls im Anschluß an den zweiten 90° - Impuls und induziert im Meßsystem ein Spin-Echo, dessen Maximalwert der freien Induktion nach dem zweiten 90° - Impuls entspricht /8/. - Mit Hilfe einer Folge von 90° - 180° - 90° - Tripletts im Anschluß an einen 180° - Impuls (Csaki /9/), kann man den Verlauf von $M_z(t)$ mit einem einzigen Durchgang aufzeichnen.

Für alle bisher genannten impulstechnischen Meßmethoden ist das hier beschriebene Spektrometer geeignet; allgemein kann gesagt werden, daß (sieht man von einer Inkonzanz des Magnetfeldes B_0 ab) eine Begrenzung der Meßmöglichkeit zu langen Relaxationszeiten ($T_1, T_2 > 1$ s) hin in erster Linie durch die Konstanz des elektronischen Teils (u.a. Gleichhalten von Dauer, Intensität, Abständen der Hochfrequenzimpulse /10/), eine Begrenzung nach kürzesten Relaxationszeiten ($T_1, T_2 < 10 \mu\text{s}$) hin durch die Leistungsfähigkeit des elektronischen Teils (Intensität der Hochfrequenzimpulse bei großer Flankensteilheit, "sofortige" Empfangsbereitschaft des Empfangsverstärkers im Anschluß an den intensiven Impuls) gegeben ist.

Bei dem Bau des hier beschriebenen Impulsspektrometers wurde besonderes Augenmerk auf die Meßmöglichkeit kürzester Relaxationszeiten gelegt.

/9/ A. Csaki, Helv. Phys. Acta 36, 1021 (1963)

/10/ M. Holz, Diplomarbeit TH Karlsruhe (1965)

3. Zusammenfassung der Probleme bei der Messung kürzester Relaxationszeiten

In diesem Kapitel werden die bei der Messung kürzester Relaxationszeiten (kürzester freier Induktionsabfälle) auftretenden Probleme aufgezeichnet und eine Aufteilung der zeitlichen Anteile, die insgesamt die Totzeit der Apparatur (d.i. die Wiedererholzeit des gesamten Gerätes im Anschluß an den Hochfrequenzimpuls, während der das Kernsignal noch nicht beobachtet werden kann) ausmachen, durchgeführt. Es werden einige zur Verbesserung der zeitlichen Auflösung mögliche Maßnahmen hier angeführt, bei der Beschreibung der einzelnen Baueinheiten (Ziffer 4) werden die beim Bau des in diesem Bericht beschriebenen Gerätes angewandten Maßnahmen erläutert. - Ausreichende Homogenität des Magnetfeldes B_0 über das Probevolumen (siehe 4.10) sowie gute Konstanz sowohl des Magnetfeldes (bei diesem Gerät durch Betrieb der Polschuhe in Sättigung begünstigt) als auch der Betriebsfrequenz seien dabei vorausgesetzt.

Ein ideales Impulsspektrometer /1/ würde den Magnetisierungsvektor mit Hilfe eines ungeheuer intensiven Hochfrequenzimpulses, der eine sehr kurze Zeit lang ^{x)} anliegt, um den erforderlichen Winkel (z.B. $\alpha = 90^\circ$) drehen und daran anschließend sofort bereit sein, das verstärkte Kernsignal ohne Verformung und Hinzufügen von Rauschen wiederzugeben. - Praktisch kommt man dem Verhalten eines solchen idealen Impulsspektrometers nahe, indem man an die Probe ein möglichst intensives Hochfrequenzfeld anlegt, dieses so schnell wie möglich ein- und ausschaltet und das Kernsignal auf einen rauscharmen Verstärker gibt, der sich von

x) Eine untere Grenze für die Impulsdauer t_1 ist dadurch gegeben, daß t_1 mindestens etwa 10 Präzessionsperioden /2/ lang sein muß, damit die gegenläufig rotierende Komponente von B_x /3/ noch vernachlässigt werden kann (Protonen, 180 MHz : $t_1 \geq 6 \cdot 10^{-8}$ s).

/1/ W. Clark, Rev. Sci. Instr. 35, 316 (1964)

/2/ H. Strehlow, Magn. Kernresonanz u. chem. Struktur, S. 143 (1962)

/3/ G. Laukien, Handbuch der Physik, 38/1, S. 152 (1958)

einer durch den intensiven Hochfrequenzimpuls hervorgerufenen Übersteuerung möglichst schnell erholt; die Bandbreite dieses Empfangsverstärkers muß dabei mindestens so groß sein, daß die Wiedergabe der Umhüllenden des Kernsignals formgetreu erfolgt (Genauerer siehe Punkt c dieses Kapitels).

In Bild 3.1 sind für einen praktischen Fall der Hochfrequenzimpuls und der nach Vergehen der Totzeit am Empfängeranfang sichtbar werdende Teil des freien Induktionsabfalls eingezeichnet. Die den Beginn des freien Induktionsabfalls verdeckende Totzeit der Apparatur ist dabei in mehrere Anteile aufgeteilt. Die Zeit vom Impulsbeginn bis zum Zeitpunkt der Signalerkennung setzt sich aus den Zeitspannen $t_1 + t_2 + t_3$ zusammen. Dabei ist

- t_1 die Dauer des Hochfrequenzimpulses (für insgesamt z.B. einen 90° - Impuls), bis nach Ende der Impulsansteuerung die Schwingungsweite auf 90 % abgefallen ist,
- t_2 die Zeit von 90 % der maximalen Impulsaussteuerung bis zum Erreichen der Übersteuerungsgrenze des Empfänger-Eingangs,
- t_3 die Zeit der Übersteuerung und Sättigung der einzelnen Empfängerstufen bis zur Signalerkennung;
- t_4 ist die Zeit von der Signalerkennungsgrenze bis zur Rauschgrenze.

Es sei nun eine Abschätzung der Zeit ($t_2 + t_3$) vom Zeitpunkt Ende der Impulsaussteuerung ($0,9 U_{\max}$) bis zum Sichtbarwerden des Signals am Ausgang der ersten Empfängerstufe unter folgenden Annahmen durchgeführt:

Spannung des Hochfrequenzimpulses am Empfängereingang: $U_{\text{Imp}} = 10^3 \text{ V}$,
Zeitkonstante des Impulsabfalls: $T_e = 50 \text{ ns}$,
Kernsignalspannung am Empfängereingang: $U_{\text{Sign}} = 50 \text{ } \mu\text{V}$,
Verstärkung der ersten Stufe im Empfänger $v_1 = 10$;

Bandbreite $b_1 = 10 \text{ MHz}$,

Resonanzfrequenz $f_1 = 35 \text{ MHz}$;

damit wird die Zeitkonstante T_a für das Ausschwingen am Ausgang der ersten Stufe als Antwort auf einen an den Eingang gelegten idealen Hochfrequenzimpuls

$$T_a = \frac{Q}{\pi \cdot f_1} = \frac{1}{\pi \cdot b_1} \approx 32 \text{ ns}.$$

Ferner sei angenommen, daß die erste Stufe bei Eingangsspannungen über 1 V am Ausgang übersteuert ist; die Zeit vom Übergang des übersteuerten Zustands der Empfängerstufe zum Zustand linearer Verstärkung bei Eingangsspannungen kleiner als 1 V sei ebenso wie der Einfluß weiterer Zeitkonstanten (z.B. R-C-Glied Katode) vernachlässigt, so daß der Abfall von 10^3 V auf 1 V am Empfängereingang durch die Zeitkonstante T_e , der Abfall von $10 \times 1 \text{ V}$ auf $10 \times 0,5 \cdot 10^{-4} \text{ V}$ am Ausgang der ersten Empfängerstufe durch die Zeitkonstante

$$T_b = \sqrt{T_e^2 + T_a^2} \quad \text{bestimmt ist}^x).$$

Dann wird
$$T_b = \sqrt{50^2 + 32^2} \text{ ns},$$

$$T_b \approx 60 \text{ ns}.$$

Für die Zeit $(t_2 + t_3')$ gilt dann:

$$\begin{aligned} (t_2 + t_3') &= 3 \cdot 2,3 T_e + (4 \cdot 2,3 + 0,7) T_b \\ &\approx 350 \text{ ns} + 550 \text{ ns} \\ &\approx 900 \text{ ns}. \end{aligned}$$

Die hierbei insbesondere im Empfangsverstärker gemachten Vernachlässigungen sowie die in obige Abschätzung nicht einbezogenen Ausschwingzeiten der folgenden Verstärkerstufen im Anschluß an den Impuls (siehe Bild 3.1) verlängern die Zeit $(t_2 + t_3')$ bis zum Sichtbarwerden des Signals am Empfängerausgang ("Signalerkennungsgrenze") noch um einige hundert Nanosekunden. - Die oben ausgeführte Abschätzung zeigt jedoch die Richtung auf, die zur Verringerung der Totzeit einzuschlagen ist.

x) Allgemein gilt bei Vorliegen zweier Zeitkonstanten T_u und T_v für die daraus resultierende Zeitkonstante

$$T_w = \sqrt{T_u^2 + T_v^2}.$$

Zunächst sei der Zusammenhang zwischen der Intensität des Feldes B_1 und der Zeitkonstante T_e für den Impulsabfall angeführt; bei gleicher Leistung und gleichem Volumen für die Probe gilt (vgl. 4.4):

$$T_e \sim B_1^2.$$

Man kann nun durch Verändern der Dämpfung die Intensität des Feldes B_1 und damit die Zeitkonstante für den Impulsabfall beeinflussen; mit einer Verminderung der (zusätzlichen) Dämpfung ist dann zwar t_1 und somit die Dauer für einen 90° - Impuls verkürzt, jedoch die Zeit vom Impulsende bis zum Zeitpunkt der Signalerkennung wegen der damit verbundenen Vergrößerung der Zeitkonstante T_e erheblich verlängert. Andererseits kann man aber auch nicht durch zu starke Bedämpfung die Zeitkonstante T_e beliebig stark verkleinern, denn die Intensität des Feldes B_1 muß ja so groß sein, daß die für einen 90° - Impuls erforderliche Impulsdauer kurz gegen die Relaxationszeit T_e der Probe ist (siehe Ziffer 1). Das hier beschriebene Gerät soll aber zur Messung kürzester Relaxationszeiten gerade Hochfrequenzimpulse großer Intensität liefern, so daß eine einsparende Verringerung der Intensität des Feldes B_1 unter allen Umständen vermieden werden muß.

Die Zeit t_2 ist die Zeit, die vergeht, bis am Eingang des Empfängers die Spannung des Impulses unter die Grenze der Übersteuerung abgefallen ist. Für ein Abfallen der Spannung um beispielsweise drei Größenordnungen ist dabei eine Zeit von etwa $7 \times T_e$ erforderlich. Das gilt jedoch nur dann, wenn der Ausschwingungsvorgang des Impulses einen rein exponentiellen Charakter hat und im Verlauf des Ausschwingens keine Schwebungen, die durch die Kopplung der beiden Schwingkreise /4/ in der Senderendstufe und im Probenkopf entstehen können, auftreten. Von

/4/ R. Feldtkeller, Rundfunk-Siebschaltungen, Leipzig (1945)

dieser Übersteuerungsgrenze an fällt die Spannung am Eingang der ersten Röhre weiter, bis nach Verstärkung in der ersten Stufe die Spannung am Eingang der zweiten Röhre wieder unter die Übersteuerungsgrenze gefallen ist usf; dabei erfolgt der jeweilige Abfall mit einer Zeitkonstante, die vergrößert wird durch die Zeitkonstante jeder hinzukommenden Stufe (siehe Bild 3.1 b). Das eigentliche Signal ist dabei an den Ausgängen der ersten Stufen durch den ausklingenden Impuls noch vollständig verdeckt. Am Ausgang der letzten Stufe muß dann die Spannung von der Übersteuerung bis zum Wert der (verstärkten) Signalspannung abfallen. (Dieser Zeitpunkt wird hier als "Signalerkennungsgrenze" bezeichnet). Die Zeitkonstanten der sich (meist) anschließenden Gleichrichterschaltung und der Ausgangsstufe(n) (Videostufen) vergrößern je nach Bandbreite die Zeitkonstante für das Ausklingen ggf. wiederum.

Vom Zeitpunkt der Signalerkennung ab wird die Summe vom Kernsignal und dem Ausklingen des in den einzelnen Stufen verstärkten Hochfrequenzimpulses wiedergegeben. Nach Vergehen der Zeit t_h sei der Impuls bis zur Rauschgrenze abgeklungen, so daß von diesem Zeitpunkt an der nur durch Rauschen beeinträchtigte freie Induktionsabfall dargestellt wird.

Aus den bisher aufgezählten Einflüssen, die die Totzeit der Apparatur verlängern, kann man die folgenden, eine Verkürzung der Totzeit bewirkenden Maßnahmen ableiten:

- a) Senderseite: Hier sind am Senderausgang möglichst steilflankige Impulse zu fordern, damit die Spannung so schnell wie möglich unter den Wert der Signalspannung abgefallen ist. - In den Senderstufen sowie an der Gitterseite der Endstufe des Leistungsverstärkers kann man diese Forderung durch Anwendung von Verstärkerstufen, die im C-Betrieb arbeiten, am besten erfüllen. Eine Verteilerung der (entscheidenden) Impulsflanken am Ausgangskreis des Leistungsverstärkers wird durch den Betrieb bei einer hohen Betriebsfrequenz begünstigt: Die Schwingungsweite am Ende des Impulses fällt (bei einer niedrigen Güte Q) auf den Wert $1/e$ des Aus-

gangswertes in $n_p = \frac{Q}{\pi}$ Perioden, d.h., daß die Zeit für das Abfallen der Schwingungsweite auf einen bestimmten Bruchteil des Ausgangswertes am Schwingkreis bei hohen Frequenzen kürzer ist. - Hier ist die zusätzliche Anwendung einer amplitudenabhängigen Dämpfung von großem Nutzen: Nimmt man an, daß der Schwingkreis am Ausgang der letzten Stufe des Leistungsverstärkers eine hohe Güte für eine große Schwingungsweite und eine geringe Güte für eine kleine Schwingungsweite hat, so wird der Vorteil eines Kreises hoher Güte (intensive Hochfrequenzimpulse) mit dem Vorteil eines Kreises geringer Güte (schnelles Ausklingen) miteinander verknüpft, ohne daß sich die oben erwähnten Nachteile der beiden Anordnungen allzu stark bemerkbar machen. Diese amplitudenabhängige Dämpfung im Leistungsverstärker wurde mit Hilfe des spannungsabhängigen Widerstandes von Halbleiterdioden verwirklicht (Serienschaltung im Senderkreis, siehe 4.4).

b) Probenkopf

Im Probenkopf wird die Probe kurzzeitig einem magnetischen Wechselfeld ausgesetzt und anschließend das zu verstärkende Kernsignal aufgenommen; die Probe ist dazu von einer den Anforderungen entsprechenden Spulenordnung umgeben, die Teil eines oder zweier Resonanzschwingkreise ist. An die Schwingkreisanordnung im Probenkopf sind folgende Anforderungen zu stellen: Die Zeitkonstante für das Ausklingen des Impulses soll so wenig wie möglich vergrößert werden; eine optimale Ausnutzung der zur Verfügung stehenden Leistung ist anzustreben; dabei soll die in der Empfangsspule aufgenommene Signalspannung (zur Erreichung eines möglichst guten Signal/Rauschverhältnisses) möglichst groß, die vom Sender auf den Empfängereingang eingekoppelte Impulsspannung jedoch möglichst klein sein, um Übersteuerung und Sättigung des Empfangsverstärkers möglichst gering zu halten. Die Vor- und Nachteile der einzelnen Spulenordnungen sind in (4.5) in Zusammenhang mit der Untersuchung der Verwendbarkeit in dem zur Verfügung stehenden Luftspalt des Magneten aufgeführt.

Die in diesem Gerät verwendete Einspulenordnung (siehe 4.5) bringt als Nachteil eine relativ starke Kopplung von Senderausgang und Empfängereingang mit sich; Maßnahmen zur Verringerung der Übersteuerung und Sättigung sind im folgenden Punkt (c) angeführt.

c) Empfangsverstärker.

Nimmt man für die Spannung des Senderimpulses 10^3 V , für die Signalspannung 10^{-4} V - beides Maximalwerte gesehen am niederohmigen Ausgang nach transformierter Auskopplung (ca. 6 : 1) aus dem Resonanzkreis des Probenkopfes - an, so ist erst nach Vergehen einer Zeit von $7 \times 2,3$ Zeitkonstanten ≈ 16 Zeitkonstanten die Spannung nach Impulsende am Eingang des Empfangsverstärkers auf die Größe der Signalspannung abgefallen. Setzt man für die Zeitkonstante des Impulsabfalls $T = 50 \text{ ns}$ an, so heißt das, daß (ohne die oben erwähnte spannungsabhängige Dämpfung im Ausgangskreis des Leistungsverstärkers) bereits $16 \times 50 \text{ ns} = 0,8 \text{ } \mu\text{s}$ vergehen, bis dieser Grenzwert erreicht ist ($t_{3 \text{ min}}$ in Bild 3.1). Die Übersteuerung und Sättigung der einzelnen Stufen im Empfangsverstärker muß nun so gering wie möglich gehalten werden, damit eine weitere Verlängerung der Totzeit durch Übersteuerung möglichst klein gehalten wird. Dazu hat sich auch hier die Verwendung einer amplitudenabhängigen Dämpfung mit Hilfe von Dioden (z.B. /5/) sehr bewährt: Während in der Senderendstufe für eine große Schwingungsweite eine hohe Kreislage gefordert wird, wird im Empfangsverstärker für hohe Spannungen (HF-Impuls) geringe Güte, für niedrige Spannungen (Kernsignal) jedoch höhere Güte gefordert; letzters läßt sich durch Parallelschalten von Halbleiterdioden (evtl. in Serie mit

einem Widerstand von einigen hundert Ohm) zu den zu dämpfenden Schwingkreisen erreichen; dabei ist darauf zu achten, daß die Dämpfung der ersten Stufe während des Anliegens des Impulses nicht auf die Spule im Probenkopf zurückwirkt (vgl. 4.6). Weiterhin darf die Begrenzung in den folgenden Stufen natürlich nicht zu einer Begrenzung des eigentlichen Signals führen.

Für die Zeitkonstante, mit der der Ausgangsschwingkreis einer Empfängerstufe im Anschluß an einen idealen Rechteckhochfrequenzimpuls ausklingt, gilt $T_a = \frac{Q}{f \cdot \pi}$. Man kann also durch Verstärkung des Kernsignals bei höherer Betriebsfrequenz (z.B. Geradeausverstärkung auf der hohen Frequenz) bei gleicher Güte der Schwingkreise (also bei Verstärkung mit entsprechend vergrößerter Bandbreite jeder einzelnen Stufe und damit des Gesamtverstärkers) diese Zeitkonstante verkleinern und somit eine Verringerung desjenigen Anteils der Totzeit, der durch das Nachschwingen der Empfängerstufen im Anschluß an das Ausschwingen des HF-Impulses vom Sender erfolgt, erzielen. Eine größere Gesamtbandbreite des Empfangsverstärkers bedeutet aber eine Verschlechterung des Signal/Rauschverhältnisses; darüberhinaus ist der für Betrieb bei den hohen Frequenzen zur Verfügung stehende Raum ausreichender Homogenität im Magnetfeld (siehe 4.10) beträchtlich kleiner, und es tritt bereits durch Verlust an Probevolumen und nochmals durch die damit verbundene Verschlechterung des Füllfaktors ein Verlust an Signalspannung und damit eine Verschlechterung des Signal/Rauschverhältnisses ein, so daß schon hierdurch der durch Betrieb des Spektrometers bei hoher Frequenz erzielte Signalspannungsgewinn (bezogen auf gleichgroßes Probevolumen) vollkommen verlorengeht (vgl. 4.6). - Es läßt sich nun zeigen, daß sich bei größerer Bandbreite der ersten Stufen des Empfangsverstärkers (und hier insbesondere des Eingangskreises der ersten Stufe) die Wiedererholzeit des Gerätes verbessern läßt: Dies ist anschaulich leicht zu verstehen, wenn man brücksichtigt, daß es in der ersten Stufe (in Zeitkonstanten gerechnet) am längsten dauert, bis das ausklingende Impulsende die (noch kaum verstärkte) Größe der Signalspannung erreicht hat, bis also das Signal in der folgenden Stufe zur Verstärkung kommt; in der letzten Stufe muß der Hochfrequenzimpuls

nur noch bis zur Größe der verstärkten Signalspannung ausklingen, bis das Signal am Ausgang des Empfangsverstärkers sichtbar wird. Man kann also - bezogen auf gleiche Gesamtbandbreite des Empfangsverstärkers - die Totzeit der Apparatur dadurch verkürzen, daß man die ersten Stufen breitbandiger auslegt (siehe 4.6). - Um zu erreichen, daß der Empfangsverstärker im Anschluß an jede Übersteuerung möglichst schnell seine volle Empfindlichkeit wiedergewinnt, darf der Verstärker nur RC-Glieder mit entsprechend kleiner Zeitkonstante (z.B. R-C-Glied in der Katodenzuleitung zur Gewinnung der negativen Gitterspannung) enthalten.

4. Aufbau eines Impulsspektrometers zur Messung kernmagnetischer Relaxationszeiten unter besonderer Berücksichtigung der Meßmöglichkeit kürzester Spin - Spin - Relaxationszeiten.

4.1. Gesamtaufbau der Apparatur

Das Spektrometer wurde für den Betrieb bei drei Arbeitsfrequenzen vorgesehen: 120; 180 und 240 MHz. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden die Kanäle für 120 und 180 MHz voll ausgebaut; dazu wird (bei Protonen) ein magnetisches Feld mit einer Flußdichte B_0 von 28,2 kG bzw. 42,3 kG benötigt. Die für Betrieb bei 240 MHz erforderliche Flußdichte von 56,4 kG (Protonen) kann mit Eisenmagneten bei vertretbarem Aufwand nicht mehr, zumindest nicht mit ausreichender Homogenität (etwa 10^{-5}) über das Probevolumen, bereitgestellt werden. Der 240 MHz-Kanal ist jedoch vorbereitet und kann nach Fertigstellung des in Bau befindlichen Cryomagneten und Eintreffen der Heliumanlage in kurzer Zeit in Betrieb genommen werden. In den jeweiligen Kapiteln werden die erforderlichen Abänderungen der fertiggestellten Apparatur angeführt.

Der prinzipielle Aufbau der Apparatur kann Bild 4.1.1 entnommen werden; er ist für den Betrieb bei allen drei Frequenzen gleich. - Das Gerät ist ausschließlich für vollkohärente Betriebsweise (siehe 4.2) ausgelegt.

Der Impulsgenerator ^{x)} liefert die Gleichspannungsimpulse I, II, III und stellt eine 1 MHz-Schwingung für die Hochfrequenz der Impulse zur Verfügung; gleichzeitig mit Beginn eines Impulsprogramms gibt er einen Triggerimpuls an den Oszillographen ab. - Der Oszillator-Einschub ^{x)}

^{x)} Diese Einheiten standen zur Verfügung

gibt neben den mit Hilfe des Impulsgenerators erzeugten 60 MHz-Hochfrequenzimpulsen für den Leistungsverstärker eine in Phase und Amplitude einstellbare (abschaltbare) Überlagerungsspannung an den Empfangsverstärker ab. - Im Leistungsverstärker wird die Frequenz der 60 MHz - Impulse auf die Sendefrequenz (120; 180; 240 MHz) vervielfacht; die in der Endstufe verstärkten Impulse (Ausgangsleistung einstellbar) werden dem Probenkopf zugeführt. Das von der Probe in der Spule induzierte Kernsignal wird im Empfangsverstärker (bestehend aus einem auf der jeweiligen Meßfrequenz arbeitenden Vorverstärker, entsprechender Mischstufe sowie dem ZF-Teil) verstärkt (ggf. demoduliert) und auf dem Oszillographen^{x)} abgebildet. Der Probenkopf befindet sich zwischen den Polschuhen des Magneten^{x)}, dessen Versorgungsstrom mit Hilfe des Magnet-Netzgerätes^{x)} konstant gehalten wird. Der Strom für die im Probenkopf angebrachten Shimspulen wird von einem Shim-Netzgerät geliefert.

Für den Betrieb bei allen drei Frequenzen wird von Hochfrequenzimpulsen mit einer Frequenz von 60 MHz (Ausgang Oszillatoreinschub) ausgegangen und das zu verstärkende Kernsignal nach Vorverstärkung auf der Meßfrequenz auf eine Zwischenfrequenz von 35 MHz umgesetzt^{xx)}. Für einen Wechsel der Betriebsfrequenz ist am Spektrometer außer dem Probenkopf nur der Leistungsverstärker (mit den darin enthaltenen Frequenzvervielfacherstufen) und der in einem getrennt aufgebauten Kasten enthaltene HF-Verstärker mit der Mischstufe, die das Kernsignal auf die Frequenz des ZF-Verstärkers von 35 MHz umsetzt, auszutauschen.

x) Diese Einheiten standen zur Verfügung.

xx) Röhrenbestückter 180 MHz-Geradeausempfänger siehe (4.6), transistorisierter 120 MHz-Geradeausverstärker sowie transistorisierter Empfangsverstärker in ZF-Version (auch für phasenempfindliche Gleichrichtung) siehe (4.8).

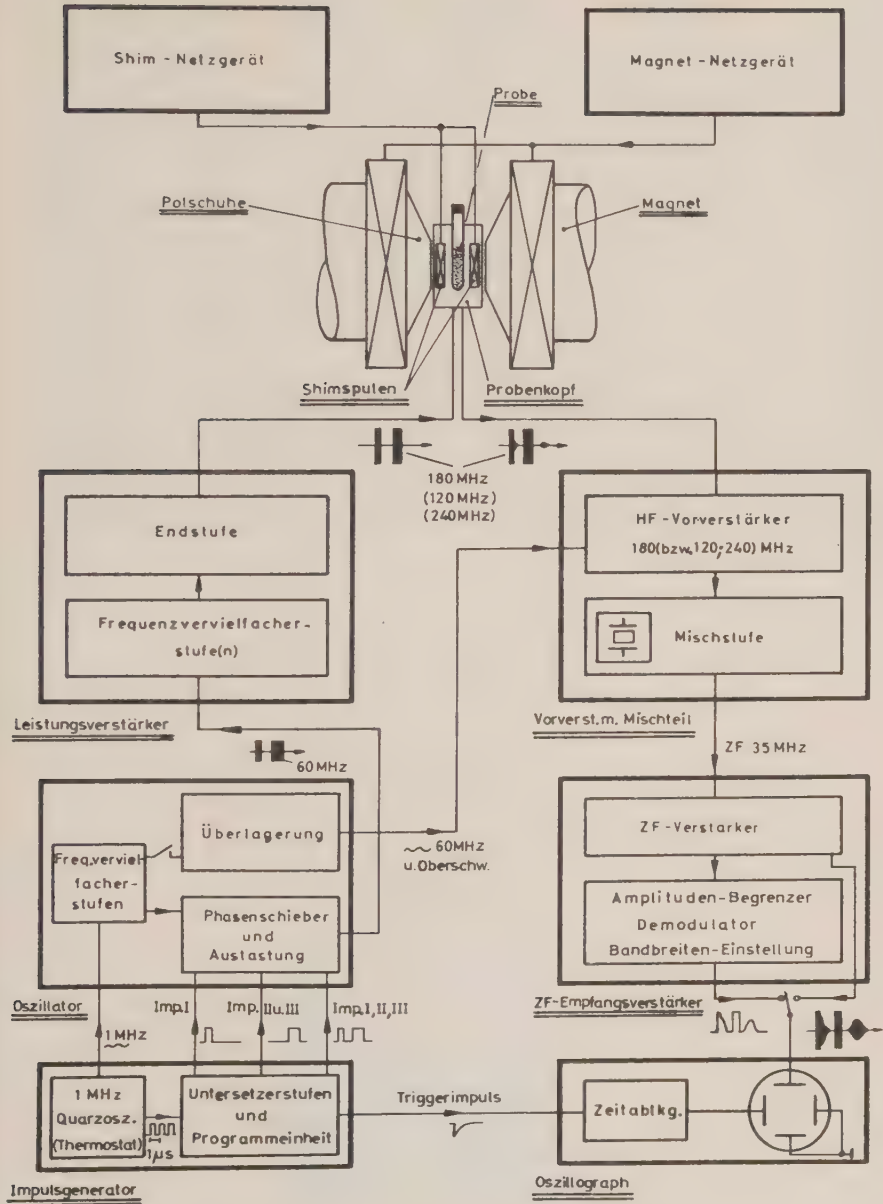


Bild 4.1.1. Blockschaltbild der Apparatur

Bild 4.1.2 zeigt eine Ansicht vom Gesamtaufbau der Apparatur (Betrieb bei 180 MHz). Man erkennt von rechts nach links: Das Magnet-Netzgerät, den Magnet (B-E 40 A 11, vgl. Ziff. 4.9) mit dem in einem Kasten untergebrachten Vorverstärker- und Mischteil, das Shim-Netzgerät (auf dem Tisch) und das Impulsspektrometer sowie (davor) die an einen Oszillographen angeflanschte Kamera. Im Spektrometer sind in den Einschüben unterhalb des Tisches ein Lüfter und die Spannungsversorgung untergebracht; die Einschübe oberhalb der Tischplatte enthalten von oben nach unten (Bild 4.1.3):

Leistungsverstärker 120 MHz,
Oszillator-Einschub,
Leistungsverstärker 180 MHz,
Oszillograph,
Empfangsverstärker (ZF-Teil),
Impulsgenerator.

Die transistorisierten Hochfrequenzeinheiten (siehe 4.8) sind hier nicht abgebildet.

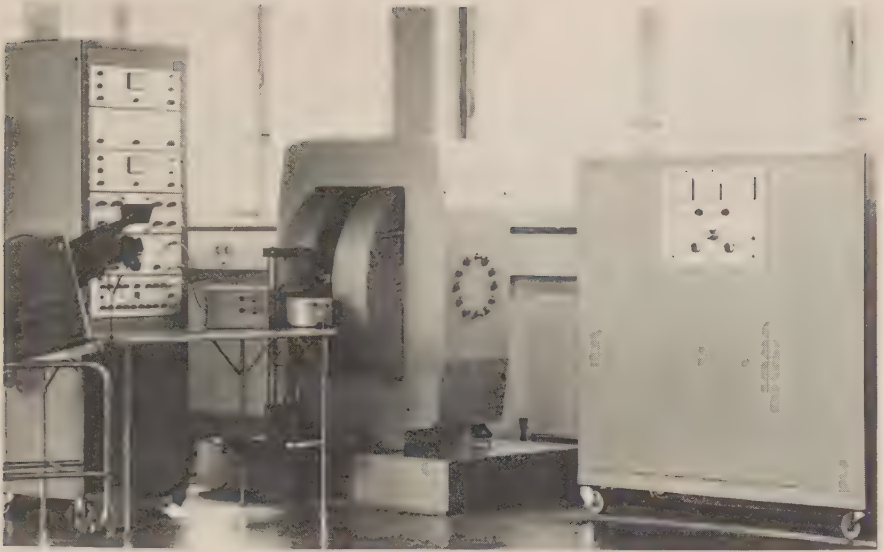


Bild 4.1.2 Gesamtaufbau der Apparatur



Bild 4.1.3 Impulsspektrometer (Teilansicht)

4.2 Impulsgenerator

Für den Aufbau des Spektrometers stand mir ein Impulsgenerator^{x)} zur Verfügung, bei dem sowohl alle für das Impulsprogramm benötigten Taktfrequenzen als auch die hochfrequente Schwingung für die Hochfrequenzimpulse selbst von e i n e m quarzstabilisierten Steueroszillator abgeleitet werden /1 ; 2/. Die für die Impulsprogramme erforderlichen Taktfrequenzen werden dabei durch Frequenzteilung mit Hilfe von Flip-Flops erzeugt, die ihrerseits durch die vom Steueroszillator abgeleitete Rechteckspannung der Frequenz 1 MHz angesteuert werden; dekadische Untersetzung wird dabei in der üblichen Weise mit vier Flip-Flops durch Überspringen von sechs Zählerstellungen erreicht. Die gewünschten Rechteckimpulse werden differenziert und dienen nach Weiterverarbeitung in entsprechenden logischen Schaltungen zur Ansteuerung von Monoflops, die die Dauer des einzelnen Impulses bestimmen. Die R-C-Glieder dieser Monoflops wurden so abgeändert, daß die kürzeste einstellbare Dauer jedes Impulses $0,5 \mu\text{s}$ (statt normalerweise $1 \mu\text{s}$) beträgt. - Die gewünschte Sendefrequenz erhält man durch Frequenz-Vervielfachung der 1 MHz-Schwingung vom Steueroszillator in den Vervielfacherstufen im Oszillatoreinschub sowie im Leistungsverstärker (siehe Blockschaltbilder 4.1.1 und 4.3.1). Durch die Ableitung des Impulsprogramms und der Sendefrequenz von der Schwingung e i n e s Steueroszillators ist gewährleistet, daß sowohl die Startzeitpunkte der Impulse bei Folgen kohärent zur Trägerfrequenz sind (Impulskohärenz), als auch, daß zwischen den Phasenlagen der Sendefrequenz während der einzelnen Hochfrequenzimpulse stets feste Zeitrelationen bestehen (Phasenkohärenz /3; 4/); kohärente Impulse sind bei längeren Folgen (etwa für $T_2 > 0,1\text{s}$) und bei bestimmten Festkörper-

x) Bruker-Physik, Karlsruhe

/1/ M. Holz, Diplomarbeit TH Karlsruhe (1965)

/2/ Trappeniers, Gerritsma, Oosting, Physica 30, 999 (1964)

/3/ A. Abragam, The Principles of Nuclear Magnetism, S. 87 (1961)

/4/ G. Laukien, Handbuch der Physik 38/1, S. 217 (1958)

messungen, bei denen sog. multiple Echos /5/ auftreten, unerlässlich (vgl. auch Kapitel 5).

Der Impulsgenerator liefert (wahlweise einmalig oder periodisch wiederholt) die Gleichspannungsimpulse für alle unter Ziffer 2 erläuterten Impulsprogramme, d.h. bis zu drei unabhängig voneinander einstellbare Einzelimpulse I, II, III oder die oben (Ziffer 2; S. 15) erwähnten Impulsfolgen. Es sind drei Ausgänge vorgesehen, und zwar je ein Ausgang für Impuls I allein, für Impuls II und III zusammen und für die Impulse I, II und III gemeinsam. Die Bedeutung des letztgenannten Ausganges ist in (4.3) näher erläutert. Die einzelnen Ausgänge stellen bei einem Innenwiderstand $R_i \approx 100 \, \Omega$ Gleichspannungsimpulse mit einer Impulshöhe von $+ 24 \, \text{V}$ und einer Anstiegs- und Abfallzeit von $10 \, \text{ns}$ zur Verfügung. Der $1 \, \text{MHz}$ -Ausgang gibt bei einem Innenwiderstand $R_i \approx 100 \, \Omega$ eine Spannung $u_{\text{eff}} \approx 6 \, \text{V}$ ab; die Frequenzstabilität $\frac{\Delta f}{f}$ über 24 Stunden beträgt $\frac{\Delta f}{f} \leq 2 \cdot 10^{-9}$.

Der Impulsgenerator wurde durch eine Abschirmhaube zusätzlich abgeschirmt, da vorher mehrfach - offenbar bewirkt durch Einstreuungen der Hochfrequenzimpulse - vom Impulsgenerator plötzlich so dichte und lange Folgen abgegeben wurden, daß die Endstufe im Leistungsverstärker überlastet wurde.

/5/ A. Abragam, The Principles of Nuclear Magnetism, S. 89 (1961)

4.3 Erzeugung der phasenkohärenten Hochfrequenzimpulse ("Oszillatoreinschub")

Im Oszillatoreinschub (vgl. Bild 4.3.1) wird in HF-Vervielfacherstufen die Frequenz der quarzstabilen 1 MHz-Schwingung auf 60 MHz vervielfacht und in Taststufen mit Hilfe der vom Impulsgenerator gelieferten Gleichspannungsimpulse ausgetastet. Darüberhinaus wird (abschaltbar) noch eine in Amplitude und Phase (letztere bezogen auf die Phasenlage der Hochfrequenz der Impulse) einstellbare ungetastete HF-Spannung zur Überlagerung mit dem von der Probe stammenden Kernsignal bereitgestellt, die durch Beobachten der Differenzfrequenz gegenüber der Frequenz des Kernsignals zur präzisen Einstellung des Magnetfeldes B_0 (siehe 4.6) nützlich ist.

Bis zu der Frequenz von 15 MHz werden für die Gewinnung der Hochfrequenz der Impulse und der Überlagerungsspannung dieselben Frequenzvervielfacherstufen verwandt. Von der Anode von R6 3 (Bild 4.3.2) geht ein Teil der HF-Spannung (nach Entkopplung mit Hilfe von R6 4) direkt zur Taströhre R6 5 bzw. nach Phasenverschiebung zur Taströhre R6 6, ein anderer Teil über einen zweiten Phasenschieber zur weiteren Frequenzvervielfachung zur Erzeugung der Überlagerungsspannung.

Um bei gleichbleibender Amplitude eine Einstellmöglichkeit der Phasenverschiebung zu erzielen, wurden einstellbare Verzögerungsleitungen /1/ verwendet. Um bei 120 MHz eine Phasenverschiebung von $\Delta\varphi > 2\pi$ vornehmen zu können, ist eine Verzögerungsleitung mit $\Delta t \approx 10$ ns geeignet. Bei höheren Frequenzen ist die mit dieser Verzögerungsleitung erzielbare Phasenverschiebung $\Delta\varphi$ entsprechend größer, eine ausreichend feine Einstellbarkeit ist durch das hohe Auflösungsvermögen der verwendeten Verzögerungsleitung jedoch gewährleistet. - Insgesamt sind zwei Verzögerungsleitungen eingebaut: Eine zur Phasenverschiebung der Hochfrequenz zwischen Impuls I und allen weiteren,

/1/ Abramson u.a. Can. J. of Chem. 44, 1691 (1966)

die zweite zur Änderung der Phasenlage der Überlagerungsspannung gegenüber der Hochfrequenz der Impulse. Erstere ist insbesondere wichtig zur Einstellung einer definierten Phasenverschiebung der Hochfrequenz zwischen dem ersten und dem zweiten Impuls bei Festkörpermessungen /2 - 6/ (siehe Kap. 5) bzw. zwischen dem ersten und allen weiteren Impulsen z.B. bei T_2 - Messungen nach dem Gill - Meiboom-Verfahren ($\Delta f = 90^\circ$) bei Proben mit längeren transversalen Relaxationszeiten.

Die 15 MHz-Impulse werden in den beiden folgenden Stufen wiederum in der Frequenz verdoppelt und in den sich anschließenden Stufen verstärkt. Die Stufen arbeiten im C-Betrieb, die Schwingkreise sind zur Erzielung einer größeren Steilheit an den Impulsflanken durch Widerstände /7/ zusätzlich bedämpft.

Für die Impulse am Ausgang des Oszillators wurde eine Frequenz von 60 MHz gewählt, weil so in einfacher Weise durch weitere Frequenzverdopplung bzw. Verdreifachung (in dem jeweils folgenden austauschbaren Leistungsverstärker, siehe 4.4) für den Betrieb bei allen drei Frequenzen (120; 180; 240 MHz) ein und derselbe Oszillatoreinschub verwendet werden kann. Darüberhinaus hat sich gezeigt, daß auch der Ausgang der Überlagerungsspannung ohne jedes Umschalten für den Betrieb bei allen drei Frequenzen benutzt werden kann, wenn der letzte Schwingkreis (Rö 12) auf 60 MHz abgestimmt wird und jeweils nur der in dieser Spannung (evtl. nach Verzerrung z.B. mittels Halbleiterdioden) enthaltene Anteil der entsprechenden Oberschwingung zur Überlagerung mit dem Kernsignal im Empfangsverstärker benutzt wird.

-
- /2/ Powles, Mansfield, Phys. Letters 2, 58 (1962)
 - /3/ Powles, Strange, Proc. Phys. Soc. 82, 6 (1963)
 - /4/ P. Mansfield, Phys. Rev. 137, A 961 (1965)
 - /5/ Hausser, Siegle, Phys. Letters 19, 356 (1965)
 - /6/ Jeener, Broekaert, Phys. Rev. 157, 232 (1967)
 - /7/ Jones, Douglass, McCall, Rev.Sci. Instr. 36, 1463 (1965)

Rö 1,2,3,7,9,11,12	E 180 F
Rö 4, 13, 14	E 188 CC
Rö 5, 6, 8	E 91 H
Rö 10	E 80 L

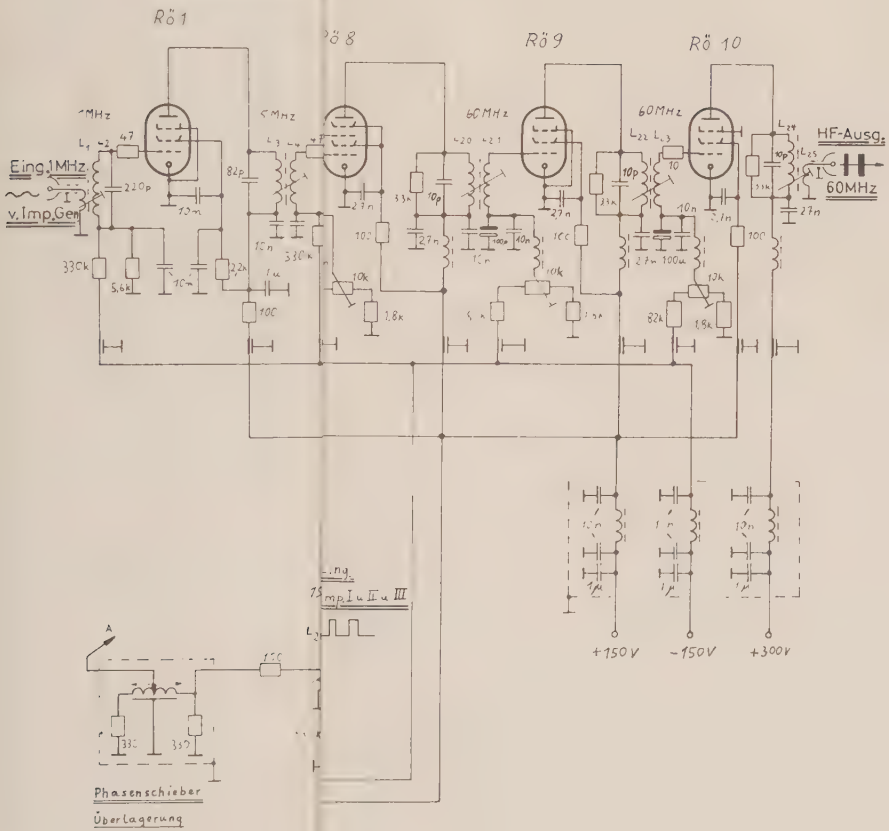


Bild 4.3.2 Schaltbild Oszillatoreinschub



Zwei Besonderheiten sind noch hervorzuheben: Erstens werden Austastung und Phasenschiebung bereits bei 15 MHz vorgenommen, und zweitens erfolgt bei 60 MHz eine weitere Austastung (Rö 8). Beides wird durch zwei wesentliche Anforderungen an die HF-Impulse bei Impulsspektrometern erklärt: Größtmögliche Flankensteilheit (zur Erzielung kurzer Totzeiten) und kleinstmögliche Pausenspannung (zur Vermeidung von Sättigungseffekten) während der Zeit zwischen den Impulsen. Nimmt man die Phasenverschiebung und Austastung bereits bei 15 MHz vor, so ist auch bei praktisch nicht zu vermeidenden "Abschirmlöchern" kaum zu befürchten, daß noch Oberschwingungen dieser (ständig vorhandenen) Spannung auf die Probe (oder den Empfängereingang) gelangen; mit Hilfe der zweiten Austastung bei 60 MHz (jetzt natürlich mit den Impulsen I, II und III) wird die Impulsflankensteilheit, die bei der ersten Austastung bei der niedrigen Frequenz noch relativ schlecht ist, verbessert; weiterhin würde dann, wenn man die Austastung nur bei 15 MHz vornähme, bei einer Veränderung der Impulsdauer vom kleinstmöglichen Wert von einer Periode ($\Delta t_{i \min} \approx 0,07 \mu\text{s}$) die Dauer des 180 MHz-Impulses um die Zeit von 12 Perioden verändert; das würde bedeuten, daß eine genügend feine Variationsmöglichkeit der Impulsdauer bei sehr kurzen Impulsen (z.B. $t_i \leq 1 \mu\text{s}$) nicht mehr in allen Fällen möglich ist; durch die zweite Austastung bei der viermal so hohen Frequenz wird $\Delta t_{i \min}$ auf den vierten Teil ($\Delta t_{i \min} \approx 17 \text{ ns}$) verringert, was für alle praktisch vorkommenden Fälle ausreichend ist.

Am HF-Ausgang des Oszillators werden 60 MHz-Impulse mit einer Schwingungsweite von $u_{ss} \approx 40 \text{ V}$ (gemessen an $R = Z_L = 50 \Omega$) und einer Abfallzeit am Ende des Impulses von 100 ns bereitgestellt.

4.4 Leistungsverstärker (m. Frequenzvervielfachern)

Im Leistungsverstärker wird die Hochfrequenz der 60 MHz-Impulse von den Vervielfacher- und Austaststufen in der Frequenz vervielfacht und auf ausreichende Leistung gebracht. - Bei Frequenzverdreifachung in Leistungsstufen arbeiten Gegentaktstufen mit gutem Wirkungsgrad /1/, während sich zur Frequenzverdopplung (60 auf 120 MHz und 120 auf 240 MHz) die "Push-Push"-Schaltung (Eingang im Gegentakt, Ausgang im Gleichtakt) /2, 3/, bei der die Röhre ebensogut ausgenutzt wird wie bei Geradeausverstärkung, besonders gut eignet. Die Verdopplung der Frequenz kommt dabei auf folgende Weise zustande: Die beiden Röhrensysteme (Bild 4.4.1) werden gegenphasig angesteuert, so daß die Anodenströme gegeneinander um 180° phasenverschoben sind. Da die Röhren etwa so weit angesteuert werden, daß die Anodenströme i_1 und i_2 jeweils nur während einer Halbwelle fließen, ergibt sich als Summe i der Anodenströme (an den miteinander verbundenen Anodenschlüssen) eine fortlaufende Folge von Halbwellen gleicher Richtung. Die Grundwelle des Summenstromes i besitzt dann gegenüber der ansteuernden Spannung die doppelte Frequenz $2 f_0$ und erzeugt am Schwingkreis $L_2 C_2$, der auf diese doppelte Frequenz abgestimmt ist, eine sinusförmige Ausgangsspannung.

/1/ Valvo GmbH, Techn.Inf. f.d.Ind. 63s, S. 32

/2/ F. Vilbig, Lehrbuch der HF-Technik II, 533

/3/ Valvo GmbH, Valvobrief Juli 1965, S. 7

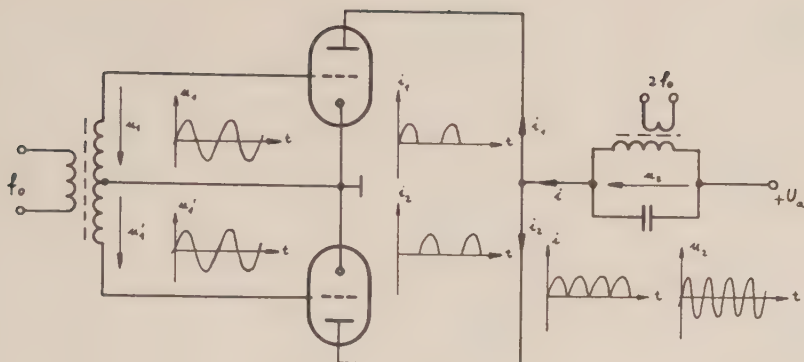


Bild 4.4.1 Prinzipschaltbild einer Push-Push-Schaltung.

Im Leistungsverstärker-Einschub für 120 MHz (Blockschaltbild 4.4.2) ist im Anschluß an eine 60 MHz-Verstärkerstufe eine Push-Push-Stufe (QQE 03/12) eingesetzt, an die sich ein Gegentaktgeradeausverstärker mit einer QQE 03/12 und der QQE 06/40 in der Endstufe anschließt: Ändert man diese letzte Stufe zu einem weiteren Push-Push-Verstärker (Lecherschwingkreis an den beiden verbundenen Anoden /4/), so steht unmittelbar ein 240 MHz-Leistungsverstärker zur Verfügung (Blockschaltbild 4.4.3). Bild 4.4.4 zeigt das Schaltbild des 120 MHz-Leistungsverstärkers, bei dem jedoch in der Endstufe an Stelle der QQE 06/40 eine YL 1060 mit etwas größerer Anodenverlustleistung ($P_a = 60$ W gegenüber 40 W bei der QQE 06/40) verwendet wird.

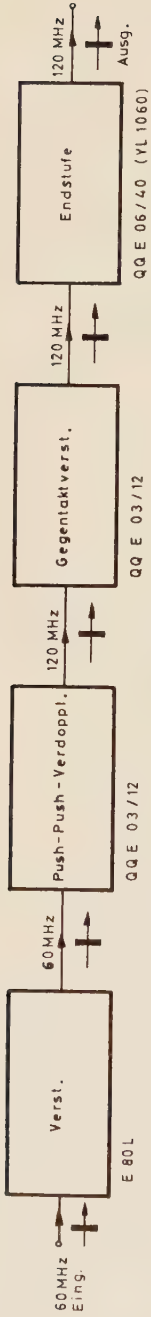


Bild 4.4.2 Blockschaltbild Leistungsverstärker 120 MHz

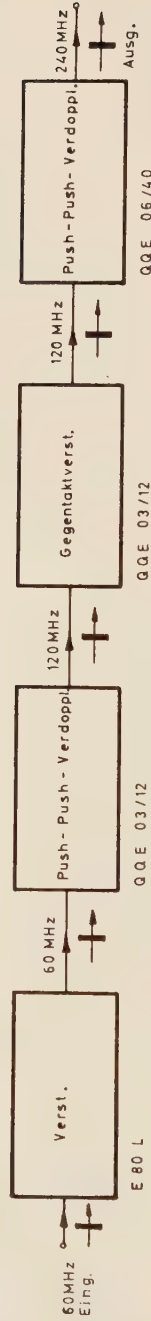


Bild 4.4.3 Blockschaltbild Leistungsverstärker 240 MHz

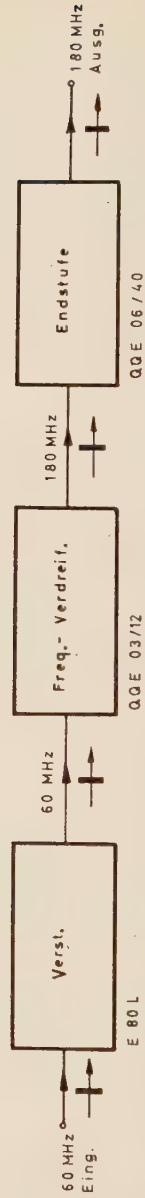


Bild 4.4.5 Blockschaltbild Leistungsverstärker 180 MHz

E 80 L

Y L 1060

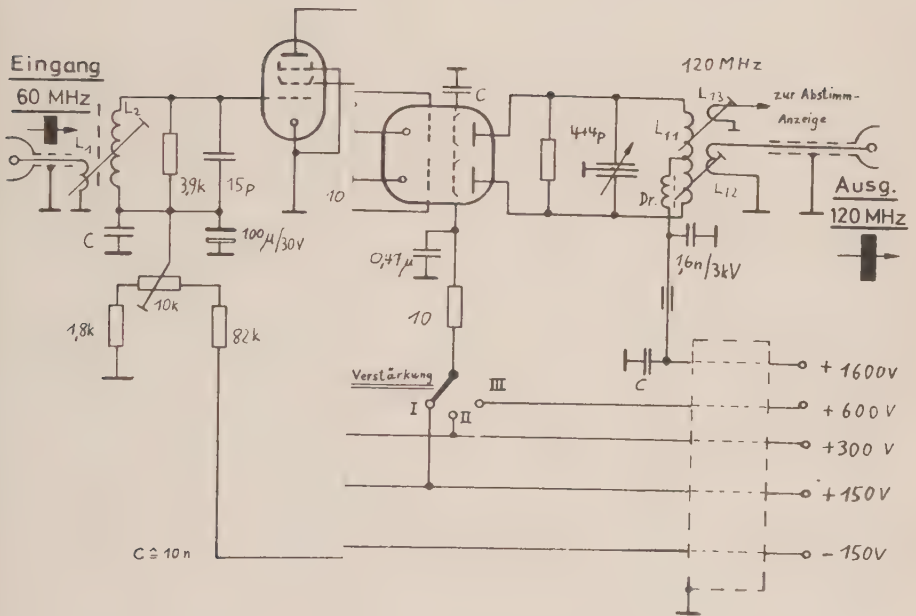


Bild 4.4.4 Schaltbild Leistungsverst. 120MHz
(m. Freq.-Verdoppler)



Der Leistungsverstärker für 180 MHz (Bild 4.4.5) enthält im Anschluß an eine am Eingang und Ausgang gedämpfte 60 MHz-Verstärkerstufe eine Frequenzverdreifachstufe (QQE 03/12); daran schließt sich die mit der QQE 06/40 bestückte Endstufe an. Die Gitter aller Röhren sind stark negativ vorgespannt, wodurch sich in jeder Stufe erneut eine Versteilerung der Impulsflanken ergibt; denn es wird von den ansteuernden Impulsen nach Überwinden der Gegenspannung nur der obere, rasch abfallende (bzw. ansteigende) Teil zur Aussteuerung der folgenden Röhre wirksam. Darüberhinaus wird durch den weit im Sperrbereich der Aussteuerung liegenden Arbeitspunkt eine eventuell noch vorhandene Pausenspannung weiter unterdrückt. - Hier sei nur die Endstufe eingehender betrachtet: Die schädlichen Kapazitäten der Endröhre liegen so hoch (Eingangskapazität $C_i \approx 6,7$ pF, Ausgangskapazität $C_o \approx 2,1$ pF, beides in Gegentakt /5/), daß für 180 MHz anstelle von Spule und Kondensator kurzgeschlossene Lecherschwingkreise, die durch (veränderliche) kapazitive Belastung am offenen Eingang abgestimmt werden, zur Abstimmung auf Resonanz Verwendung finden. Die Einkopplung an der Gitterseite erfolgt auf eine aus 2 mm starkem, versilbertem Kupferdraht bestehende "Haarnadelschleife" /6/, die in der Mitte von L_7 (Bild 4.4.7) liegt. Zur Abstimmung dient ein Schmetterlingsdrehkondensator, der so nah wie möglich an die Gitteranschlüsse herangebracht ist. Zur Zuführung der Gittergleichspannung wird eine HF-Drossel verwendet; eine Zwangssymmetrierung durch geerdete Mittelanzapfung ist nicht durchgeführt /6/; dies gilt auch für den Anodenkreis. Im Anodenkreis der Röhre liegt eine aus zwei verkupferten und anschließend galvanisch hartglanzversilberten Stahlrohren von 8 mm Durchmesser bestehende Resonanzleitung^{x)}, die

x) Firma H. Grossmann, Gehrden

/5/ Valvo GmbH, Valvo-Handb., Spezialröhren III, S 353 (1967)

/6/ Valvo GmbH, Techn. Inf.d.Ind. 63 S, S 32; S 17

anfangs- und endseitig in keramischen Lagerblöcken gehaltert ist. Am Ende der Leitung (Länge 150 mm) bildet ein angelötetes versilbertes Messingblech den Kurzschluß (Grobabstimmung); die Feinabstimmung der Endstufe erfolgt mit Hilfe eines Schmetterlingsdrehkondensators, der für eine bei Proben- und Probenkopfwechsel erforderliche Nachstimmung von der Frontplatte des Einschubs her bedient werden kann.

An den Anschlußpunkten der Lecherleitung zu den Anodenanschlüssen mit dem Drehkondensator sind in die Schwingkreisanordnung je zwei Paar antiparallel geschalteter Dioden ($D_1 \dots D_4$) eingefügt, die die Dauer des Ausschwingens am Ende des Impulses wesentlich herabsetzen: Während die Endröhre ausgesteuert wird und Anodenstrom fließt, bedämpfen die Durchlaßwiderstände der Dioden die Schwingkreisanordnung nur relativ wenig; sinkt dagegen nach Ende der Aussteuerung die Schwingungsweite der Spannung an den Siliziumdioden unter die Knie-spannung, so bewirken die jetzt wesentlich größeren Diodenwiderstände ein viel rascheres Abklingen der Hochfrequenz; durch den Einbau dieser Dioden konnte eine wesentliche Verkürzung der Totzeit erzielt werden; der Verlust an Hochfrequenzleistung ist gering. - Die Auskopplung der Hochfrequenz erfolgt mit Hilfe einer "Haarnadelschleife" aus dickem versilbertem Draht, ein π -Filter /7/ übernimmt die Anpassung an den Wellenwiderstand ($Z_L = 50 \Omega$) des Kabels; mit Erfolg wurde jedoch das Kabel auch direkt an die Schleife angeschlossen, wobei dann das andere Ende der Schleife über einen Kondensator (Trimmer) an Masse liegt /8/.

/7/ Valvo GmbH, Techn. Inf.f.d.Ind. 47, S. 15

/8/ K. Lickfeld, Funktechnik, S. 724 (1963)

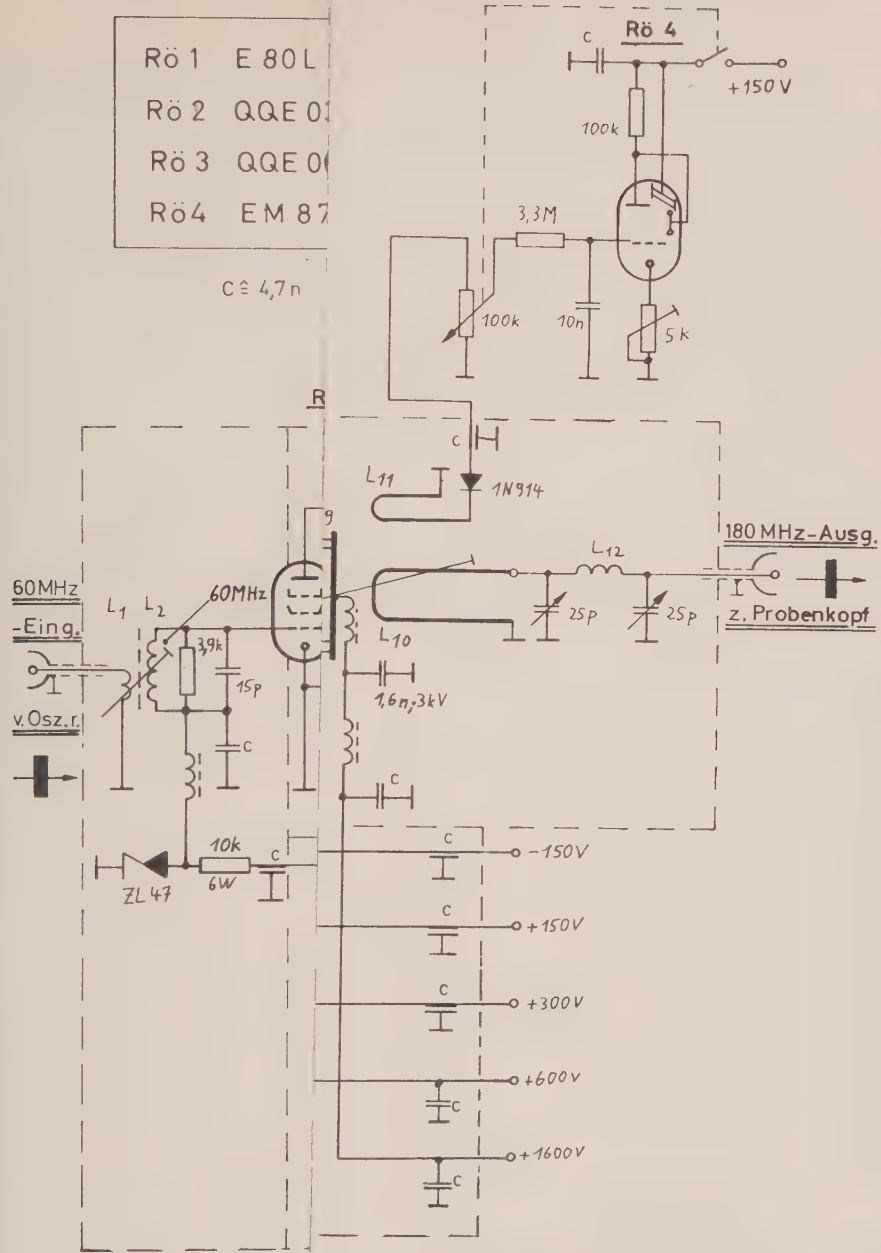


Bild 4.4.7 Schaltbild Leistungsverst. 180 MHz
(m. Freq.-Verdreifacher)

Die Höhe der Ausgangsleistung ist durch Verändern der Schirmgitterspannung der Endröhre /9; 10/ einstellbar (Faktor 9); meist wurde jedoch mit der vollen Ausgangsleistung gearbeitet, um möglichst intensive Magnetfelder B_1 in der Probenspule zu erhalten und so mit möglichst kurzen Impulsen arbeiten zu können. Die Endröhre wurde mit einer Anodenspannung von $U_a = 1,6$ kV (probeweise auch mit 2,2 kV) betrieben. Diese Spannungen sind bei der verwendeten Röhre durchaus zulässig, da es sich bei der Betriebsweise des Spektrometers um "Kurzimpulsbetrieb" (Arbeitsdauer $t_i < 0,1$ s, Tastverhältnis $v_T \leq 0,01$; /11/) handelt; bei Kurzimpulsbetrieb dürfen Spannungen und Ströme (mit Einschränkungen) die physikalische Grenze erreichen; der zeitliche Mittelwert der Verlustleistung darf so groß sein wie bei Dauerbetrieb; die vorgeschriebenen Temperaturgrenzen sind allerdings zu beachten. Bei der QQE 06/40 wird in diesem Gerät bei Betrieb mit nicht allzu dichten Folgen von Impulsen normaler Dauer keine der erlaubten Grenzen überschritten.

Die HF-Leistung an der Probenspule wurde durch Messen der Abfallzeit an der Rückflanke des HF-Impulses nach Berechnen der Flußdichte B_1 bei bekanntem Spuleninnenraum ermittelt; dabei gilt (siehe Anhang):

$$P = \frac{2,2}{10\pi} \cdot \frac{B_1^2 \cdot V}{T_R} \quad \text{Watt,}$$

wenn B_1 die Flußdichte des für die Drehung der Magnetisierung wirksamen Magnetfeldes (in Gauss),
 V das Volumen innerhalb der Spule (in cm^3),
 T_R die Abfallzeit (90 % ... 10 %) des HF-Impulses (in μs)
ist,

/9/ W. Clark, Rev. Sci. Instr. 35, 321 (1964)

/10/ H. Yasuoka, J. Phys. Soc. of Japan 19, 1184 (1964)

/11/ Valvo GmbH, Techn. Inf.f.d.Ind. 26 s (TI 211256) S 2; S 6

B_1 wird dabei zuvor aus der Impulsdauer eines 90° - Impulses mit Hilfe der Beziehung

$$\omega_1 = \frac{d}{t_1} = \gamma \cdot B_1$$

$$d = \gamma \cdot B_1 \cdot t_1$$

ermittelt:

$$B_1 = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{1}{\gamma \cdot t_{90}} \cdot$$

Für den 180 MHz - Kanal (Verstärkung in Stellung III) ist:

$$t_{90} \approx 0,78 \text{ } \mu\text{s}$$

und damit:

$$B_1 \approx 77 \text{ G} .$$

=====

Hiermit und mit den Angaben:

$$V = 0,053 \text{ cm}^3,$$

$$T_R \approx 0,08 \text{ } \mu\text{s}$$

erhält man:

$$P \approx \frac{2,2}{10 \pi} \cdot \frac{77^2 \cdot 0,053}{0,08} \text{ W}$$

$$P \approx 275 \text{ W} .$$

=====

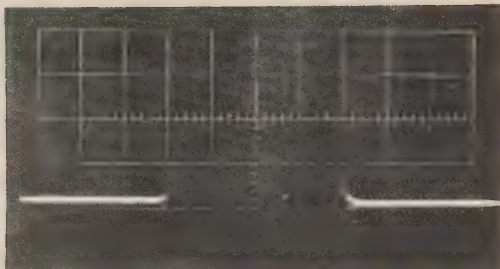


Bild 4.4.6: 180 MHz - Impuls von ca. $0,78 \mu\text{s}$ Dauer
(Zeitablenkung: $0,2 \mu\text{s}/\text{cm}$)

Bild 4.4.6 zeigt einen 180 MHz-Impuls, aufgenommen von einem Tektronix-Oszillographen 585. Die zur vollständigen Wiedergabe des gesamten Impulses erforderliche Schreibgeschwindigkeit des Oszillographen wurde dabei so stark überschritten, daß von dem eigentlichen Impuls nur die Konturen sichtbar sind. Gerade daraus läßt sich aber gut erkennen, daß nach Ausklingen des Impulses kein erneutes Anschwingen auftritt. Auch bei höchster Empfindlichkeit des Vertikalverstärkers des Oszillographen wurden am Impulsende keine Schwingungen festgestellt.

Beim 120 MHz- Kanal erhält man mit

$$t_{90} \approx 1/\omega$$

$$B_1 \approx 60 \text{ V}$$

RECHENWEISE

und mit

$$V = 0,3 \text{ cm}^2 ,$$

$$T_R \approx 0,1 \text{ } \mu\text{s}$$

$$P \approx 760 \text{ W.}$$

=====

Eine Kontrolle der Leistungswerte durch eine Spannungsmessung (Oszillograph Tektronix 454, Verstärkungsrückgang bei hohen Frequenzen berücksichtigt) an dem mit dem Nennwiderstand abgeschlossenen Leistungsverstärkerausgang ergab bei 120 MHz einen um ca. 20 % höheren Wert; diese Abweichung ist durch die im Probenkopf auf den relativ langen Zuleitungen eintretenden Verluste (und evtl. eine geringfügige Fehlanpassung) zu erklären. - Bei 180 MHz war die Grenzfrequenz des Oszillographen so weit überschritten, daß hier die Spannungsmessung mit Hilfe eines Röhrenvoltmeters und einer dichten Impulsfolge durchgeführt wurde: Ist der Abstand zwischen zwei Impulsen klein gegen die Zeitkonstante des (Gleichrichter-) Tastkopfes am Röhrenvoltmeter, so kann man die Höhe /12/ der Hochfrequenzspannung am 50 Ω - Lastwiderstand ermitteln und daraus die Leistung berechnen. Der Vergleich ergab hier eine etwas größere Abweichung ($\approx$ 45 %), was auf größere Verluste bei der Probenkopf-anordnung für 180 MHz zurückgeführt werden kann.

Die Anzeigeröhre R8 4 (Bild 4.4.7 und ebenso im 120 MHz-Einschub), die ihre Steuerspannung mit Hilfe einer lose an die Senderendstufe angekoppelten Schleife /13/ mit anschließender Gleichrichterschaltung erhält, dient als Abstimmhilfe und zur Aussteuerungskontrolle des Leistungsverstärkers.

/12/ A. Ondrejka, Proc. of the IEEE 55, 883 (1967)

/13/ K. Lickfeld, Funktechnik S. 725 (1963)

4.5 Probenkopf

Die Homogenität des Magnetfeldes B_0 , in dem sich die von der Hochfrequenzspule umgebene Probe befindet, ist von der Luftspaltbreite im Magneten abhängig. Die Forderung nach ausreichender Feldhomogenität ist damit gleichbedeutend mit der Forderung, den Probenkopf in der Umgebung der Hochfrequenzspule möglichst schmal zu halten. Eine untere Grenze für die Breite des Probenkopfes ist durch den Durchmesser der Probenspule gegeben. Außerdem wird aber der zwischen den Polschuhen vorhandene Raum durch die für die Abschirmung des HF-Feldes erforderlichen metallischen Seitenwände (und nochmals durch im Probenkopf evtl. vorhandene Shimspulen) verringert. Dadurch ist der Abstand der HF-Spule zu den Abschirmwänden (bzw. den Shimspulen) bei dem Probenkopf für 180 MHz kleiner als der Spulenradius; die hierdurch bewirkte Erhöhung der Dämpfung mußte in Kauf genommen werden.

Als Probenspule kommt bei hohen Frequenzen nur eine "Einspulenordnung" in Frage. Kreuzspulenordnungen /1/, bei denen zum Fernhalten der intensiven HF-Impulse vom Empfängereingang für Sender und Empfänger gegeneinander in der Spulenachse um 90° gedrehte Spulenordnungen (davon eine als Helmholtzspulensystem) verwendet werden, sind bei diesen hohen Frequenzen nicht mehr brauchbar, u.a. weil der schmale Luftspalt kaum die Aufnahme eines komplizierten und räumlich großen Systems von HF-Spulen gestattet; außerdem ist bei Verwendung des Helmholtzsystems als Sendespule ein Verlust an Flußdichte B_1 (und damit eine Verlängerung der Zeit Impuls^{x)} - plus Totzeit), bei

x) Aufgrund der gegenüber Einspulenordnung verringerten Flußdichte bei Helmholtzspulen und des aus geometrischen Gründen größeren felderfüllenden Raumes (verschlechterter Füllfaktor) kann man hier bei gleicher Senderleistung höchstens mit dem halben Wert für B_1 gegenüber der Einspulenordnung rechnen, d.h., daß die für einen 90° -Impuls erforderliche Impulsdauer mindestens auf das Doppelte ansteigt.

Verwendung des Helmholtzsystems als Empfangsspule wegen des verschlechterten Füllfaktors ein Verlust an Signalspannung (und damit des Signal/Rauschverhältnisses) sowie auch eine Vergrößerung der Totzeit; vgl. Kap.3) verbunden. - Zur Beobachtung rein-quadrupolarer Kernresonanzsignale (NQR) kann eine Kreuzspulenordnung überhaupt nicht verwendet werden /2/. -

Brückenschaltungen, die bei Benutzung ein- und derselben Spule für Empfänger und Sender zum Fernhalten der HF-Impulse vom Empfänger-Eingang auf elektronischem Wege bei Impulsspektrometern bei niedriger Betriebsfrequenz /3/ benutzt worden sind, sind bei hoher Frequenz nicht mehr anwendbar, da bei hohen Frequenzen Einstreuungen (u.a. auf den in einer Brückendiagonale zur Ein- und Auskopplung erforderlichen Übertrager) eintreten; darüberhinaus liegt hier die in der Probenspule wirksame Flußdichte B_1 wegen der gleichzeitigen Versorgung des sog. "Blindkreises" durch den Leistungsverstärker in jedem Fall niedriger^{x)}.

Die bei diesem Geräte verwendete Einspulenordnung /4/, die bei einfacher Spulenform die bei Kreuzspulen- und Brückenschaltungen auftretende Verminderung der wirksamen Flußdichte B_1 nicht aufweist, liefert wegen der starken Kopplung zwischen Senderausgang und Empfänger-Eingang HF-Impulse großer Intensität an den Empfängereingang, wobei nun die Gefahr besteht, daß die Totzeit des Empfangsverstärkers durch Übersteuerung erheblich verlängert wird. Um diesem Effekt entgegenzutreten, wurden verschiedene Begrenzungsmaßnahmen (Empfänger siehe Kap. 4.6) vorgenommen.

x) Auch hier muß man mit einer um ca. 50 % verringerten Flußdichte B_1 rechnen.

/2/ Bloom, Hahn, Herzog, Phys.Rev. 97, 1702 (1955)

/3/ Lowe, Barnaal, Rev.Sci. Instr. 34, 143 (1963)

/4/ Trappeniers u.a. Physika, 30, 1000 (1964)

Bei den Probenköpfen für 120 und 180 MHz wird als Sendekreis ein Serienresonanzkreis verwendet, der mittels des einstellbaren Kondensators C_1 auf Resonanz abgestimmt werden kann. Zur Anpassung des niederohmigen Kabels zum Empfängereingang kann man die Spule L_1 mit einer Anzapfung versehen oder - wie hier - eine weitere Spule L_2 (mit entsprechend verringerter Windungszahl) koaxial zur Senderspule^{xx)} um die Probe legen (siehe Bild 4.5.1). Die Senderspule L_1 für 180 MHz hat bei einem inneren Durchmesser von 4,2 mm und einer Spulenlänge von 4 mm fünf Windungen versilberten Kupferdrahtes (eisenfrei !) von 0,5 mm Durchmesser, die Spule L_2 nur noch eine Windung. - Der Probenkopf (Bild 4.5.2) hat am Ort der Probenspule in dem nur 9 mm breiten Luftspalt des Magneten ($B_0 \approx 42,3$ kG für Protonen) eine Breite von 8,9 mm, nach Abzug von $2 \times 0,2$ mm für die Abschirmwände (Eindringtiefe $\lambda(1\%)$ für $f = 180$ MHz und $\kappa = 30$ Sm/mm²: $\lambda(1\%) \approx 0,032$ mm) und weiterhin $2 \times 0,2$ mm für die Shimsulen (siehe 4.9) an den Innenwänden des Probenkopfes bleibt von der Probenspule mit einem Außendurchmesser von 5,2 mm zu beiden Seiten hin nur noch weniger als 1,5 mm Abstand. Der Probenkopf selbst und die Abschirmwände bestehen aus einer eisenfreien Magnesium - Aluminium - Legierung.

xx) Auch in diesem Fall wird von einer "Einspulenordnung" gesprochen, da die zweite, koaxial zur Spule L_1 angeordnete Spule L_2 fest mit der Spule L_1 verkoppelt ist; die zweite Spule (L_2) dient hier ausschließlich zur Anpassung an das Kabel zum Empfangverstärker und nicht (wie das zweite Spulensystem bei einer Kreuzspulenordnung) zur Entkopplung von Senderausgang und Empfänger-eingang.

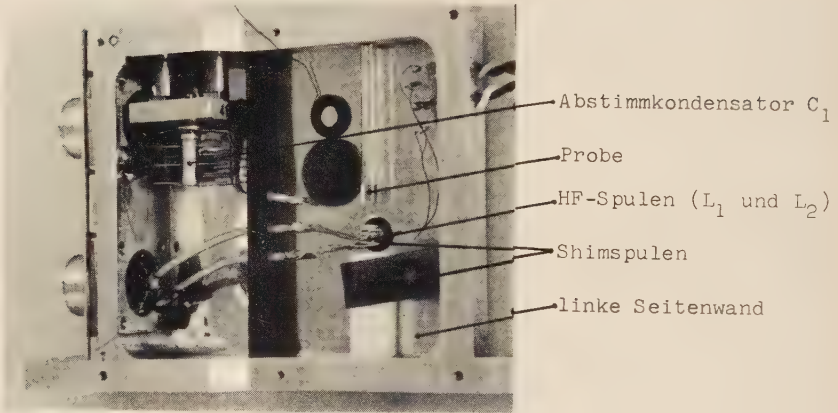


Bild 4.5.1 Probenkopf für 180 MHz nach Abnahme einer Seitenwand. Die vordere Shimspule wurde zur Seite geklappt; oberhalb des als Größenvergleich dienenden Pfennigstücks eine weitere (größere) Shimspule.



Bild 4.5.2 Probenköpfe für 120 und 180 MHz; rechts daneben: Glycerin-Proben normaler Füllhöhe für die 180 MHz bzw. 120 MHz Probenköpfe.

Bei Verwendung einer Kreuzspulenordnung besteht einer der Vorteile gegenüber der üblichen Einspulenordnung darin, daß man die Güte-Werte von Sender- und Empfängerkreis unabhängig voneinander den Anforderungen entsprechend wählen kann (i.a. niedrige Güte für den Senderkreis zur Erzielung eines raschen Abfallens des Sendeimpulses, höhere Güte für den Empfängerkreis, um möglichst viel Signalspannung zu gewinnen). Eine ähnliche Wirkung wurde hier bei einer Einspulenordnung mit Hilfe von zwischen Sender und Empfänger angeordneten Dioden (D_5 , D_6 im Bild 4.5.3) erreicht. Verschiedentlich (z.B. /5/) findet man in der Literatur solche Diodenpaare vor der Probenspule. Sie wirken dort lediglich als passive Schalter, die bei hoher HF-Spannung einen vernachlässigbaren Widerstand darstellen, bei Abfall der Spannungen unter einige zehntel Volt am Ende des Impulses dann jedoch hochohmig werden und ein "Auftrennen" der Zuleitung bewirken. Bei dem hier beschriebenen Gerät wurden diese Dioden um eine Kabellänge von $\frac{\lambda}{4}$ vor dem Probenkopf angeordnet. (Eine $\frac{\lambda}{4}$ - Leitung transformiert bekanntlich einen Leerlauf in einen Kurzschluß u.u.)/6/. Auch hier stellen die Dioden während der Zeit des hohen HF-Impulses nur einen geringen Widerstand dar (Bild 4.5.4).

Ist die Schwingungsweite der Hochfrequenz dann jedoch am Ende des Impulses unter die Kniespannung der Dioden ($\approx 0,5$ V) abgefallen (t_{II} im Bild 4.5.5), nehmen die Dioden wieder ihren hochohmigen Zustand an, und die nun an ihrem Ende (d.i. der Ort der Dioden im hochohmigen Zustand) "offene" $\frac{\lambda}{4}$ - Leitung schließt den Eingang des Probenkopfes praktisch kurz; dadurch wird ein schnelles Abklingen der vom Sender kommenden Spannung unterhalb einiger zehntel Volt (Bild 4.5.5) bewirkt. Es wird aber auch der (Serien-) Verlustwiderstand des Kreises, in dem nach Abklingen des Impulses die von der Probe abgegebene Signalspannung induziert wird, kleiner, so daß die Güte des Schwingkreises beim Messen der Signalspannung sogar noch

/5/ Gray, Hardy, Noble, Rev.Sci.Instr. 37, 587 (1966)

/6/ McKay, Woessner, J.Sci. Instr. 43, 838 (1966)

etwas vergrößert wird. - Diese Technik verringert Anstiegs- und Abfallzeiten der Impulsspannung über der Spule und erlaubt dabei eine günstige Ausnutzung der Kernsignalspannung.

Der Probenkopf für 120 MHz ist im Prinzip genau so aufgebaut (Bild 4.5.2), jedoch steht hier für ein Magnetfeld von 28,2 kG (Protonen) ein Luftspalt von fast 20 mm zur Verfügung; der Probendurchmesser beträgt 7,8 mm, bei erhöhter Anforderung an die Homogenität über das Probenvolumen 6 mm. Die Spule L_1 hat bei einem Innendurchmesser von 6,2 mm und einer Länge von 10 mm sechs Windungen, L_2 eine Windung.

Für 240 MHz ist ein verkürzter $\frac{\lambda}{4}$ - Koaxialresonator /7, 8/ vorgesehen, bei dem sich die Probe am kurzgeschlossenen Ende befinden muß; denn dort hat das magnetische Feld B_1 sein Maximum. - Betreibt man den Resonator in einem Cryomagnet mit solenoidförmiger Spule, so wählt man zweckmäßigerweise eine ringförmige Probe; dann steht bei Einführen des Koaxialresonators in Richtung der Spulenachse des Cryomagnet das Feld B_1 an jedem Ort der kreisförmigen Probe senkrecht zum äußeren Feld B_0 .

/7/ Telefunken, Röhren- u. Halbleitertmitt. 59 0148

/8/ Kojima u.a., J.Phys.Soc. of Japan 10, 930 (1955)

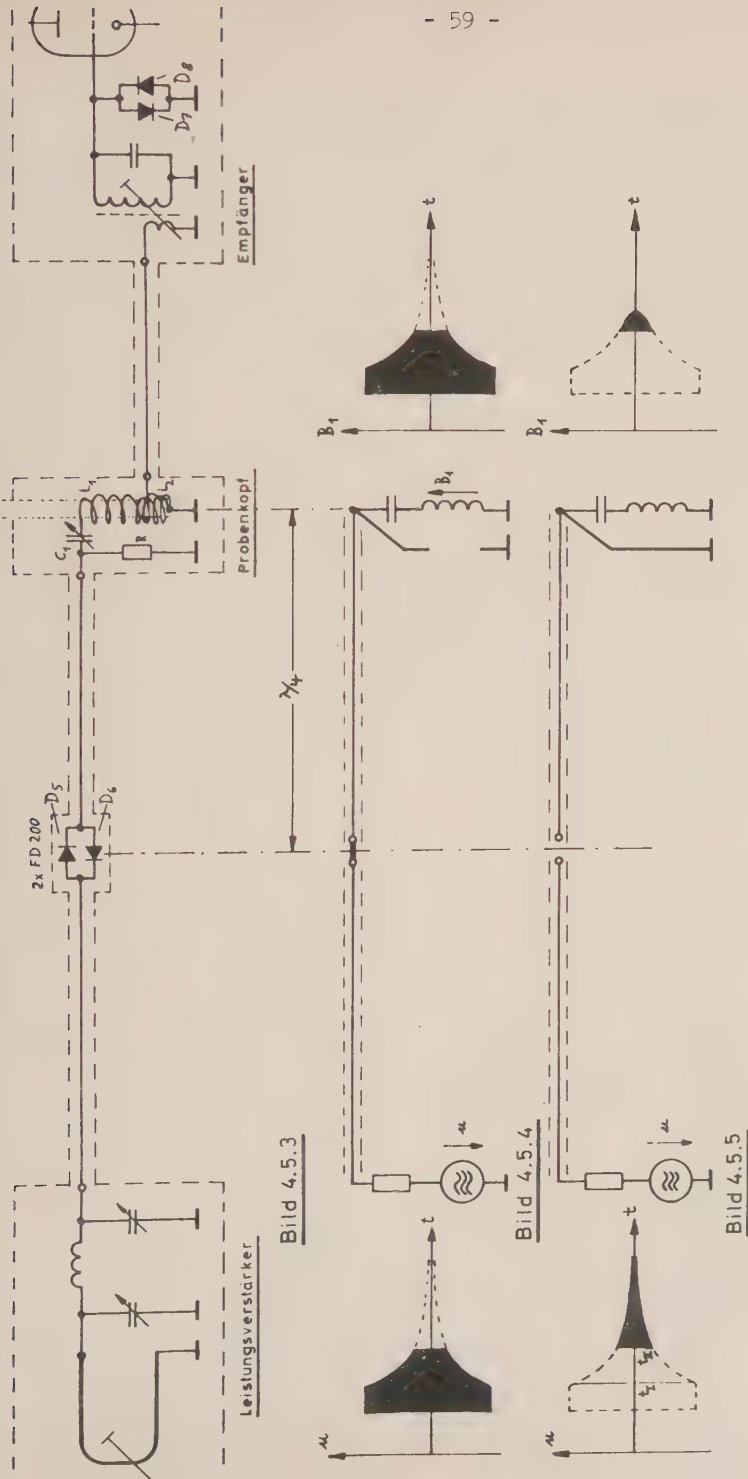


Bild 4.5.3 Schaltbild des Probenkopfes und Funktionsweise der Dioden D_5/D_6 in Zusammenhang mit der $\lambda/4$ -Leitung

Bild 4.5.4 für Spannungen $u_{HF} \gg 0,5 \text{ V}$

Bild 4.5.5 für Spannungen $u_{HF} \ll 0,5 \text{ V}$

4.6 Empfangsverstärker

Der Empfänger (Gesamtverstärkung ca. $5 \cdot 10^5$) ist ein Überlagerungs-empfänger mit einer ZF von 35 MHz. Er muß unmittelbar im Anschluß an den intensiven Senderimpuls das in der Spannung um viele Größenordnungen kleinere Kernsignal verstärken; dafür bekommen nur breitbandige Verstärker mit induktiver Kopplung /1/, bei denen nur eine Wicklung auf die Resonanzfrequenz abgestimmt wird, in Frage. - Um Übersteuerungen durch die Senderimpulse zu vermindern, wurden in den ersten beiden Stufen parallel zu den Schwingkreisen /2, 3/ Siliziumdioden eingebaut, die während des intensiven Impulses im niederohmigen Zustand sind und die Spannung über dem betreffenden Schwingkreis begrenzen; die Spannung des Kernsignals ist in diesen Stufen noch so niedrig, daß hier eine Begrenzung des Kernsignals durch die Dioden nicht eintritt. - Wenn (bei fester Kopplung des Eingangsübertragers) die am Eingang der ersten Röhre angebrachten Dioden die Probenspule im Probenkopf so stark bedämpfen, daß hierdurch eine spürbare Verringerung des magnetischen Feldes B_1 eintritt, so bewirkt ein mit den beiden Dioden in Serie geschalteter ohmscher Widerstand (etwa 0,3 ... 1 k Ω) eine Minderung der Dämpfung auf einen durch den Widerstand gegebenen Höchstwert.

Der Empfangsverstärker besteht aus einem auf der jeweiligen Betriebsfrequenz arbeitenden Vorverstärker (Verstärkung ca. 20) mit Mischteil und einem ZF-Verstärker (Bild 4.6.1). Der ZF-Verstärker (35 MHz) kann für alle drei Empfangsfrequenzen unverändert verwendet werden, nur der Vorverstärkerkasten (Bild 4.9.1) muß bei Frequenzwechsel ausgetauscht werden. Im Prinzip ist der Aufbau des Vorverstärkers bei allen drei Frequenzen gleich, jedoch ist bei der Wahl der Frequenzen der Schwingquarze für den Mischoszillator zu beachten, daß Grund- und Oberschwingungen der Quarze genügend weit von der Mittenfrequenz des

/1/ H. Pursey, Radio and Eleletronic Engineer 28, 17 (1964)

/2/ Mansfield, Powles, J.Sci. Instr. 40, 236 (1963)

/3/ W. Clark, Rev.Sci.Instr. 35, 322 (1964)

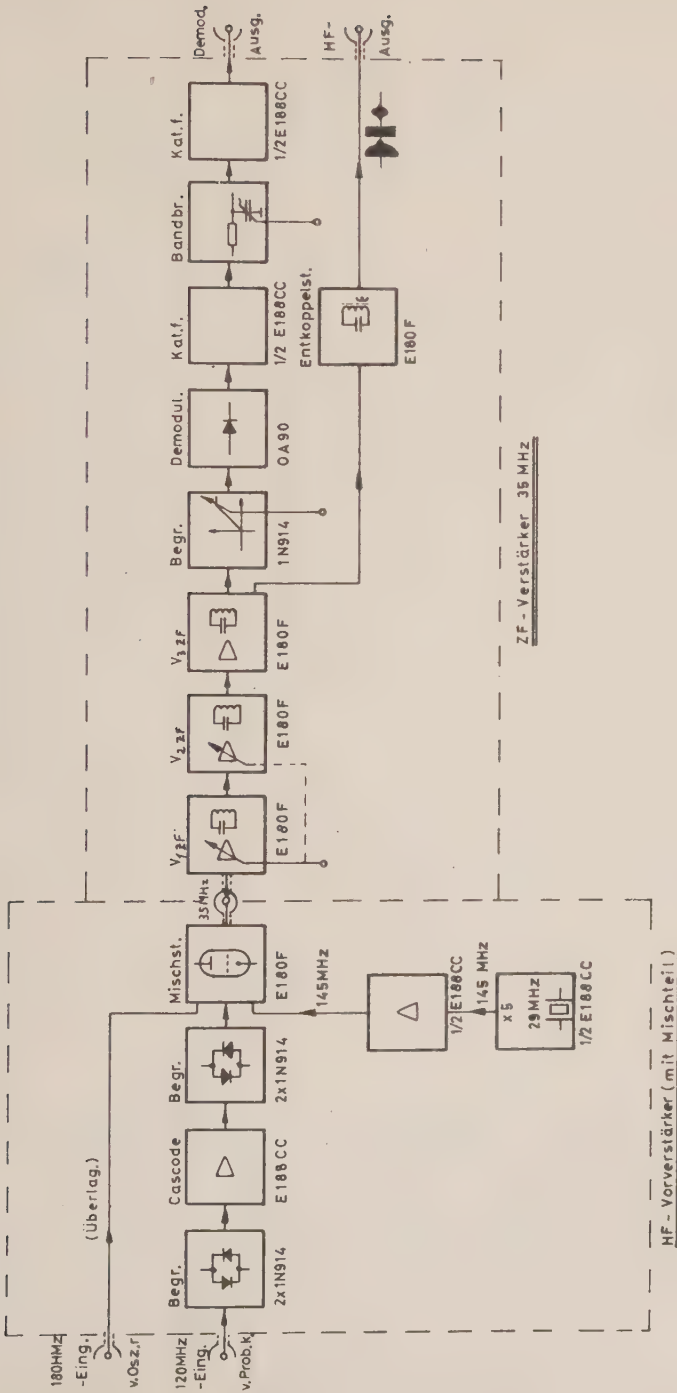


Bild 4.6.1 Blockschaltbild Empfangsverstärker

breitbandigen ZF-Verstärkers entfernt liegen, damit durch eine solche Schwingung der ZF-Verstärker nicht "zugestopft" wird. Darüberhinaus müssen die Oberschwingungen der Quarze natürlich auch genügend weit von der eigentlichen Empfangsfrequenz entfernt liegen.

Der Aufbau des Empfängers ist aus dem Blockschaltbild (Bild 4.6.1) ersichtlich. Im Vorverstärker folgt nach der Diodenbegrenzung als Eingangsstufe (Bild 4.6.2) eine Cascodestufe /4/ mit der Röhre E 188 CC, deren beide Systeme durch ein abgestimmtes (und durch den relativ niedrigen Eingangswiderstand der Gitterbasisstufe stark bedämpftes) π -Filter gekoppelt sind. In der nachfolgenden additiven Mischschaltung ist als Mischröhre eine als Triode geschaltete Pentode eingesetzt. Der Anodenkreis der Mischröhre ist auf 35 MHz abgestimmt, die Auskopplung auf das zum ZF-Verstärker gehende Kabel erfolgt niederohmig. An das Gitter der Mischröhre wird außer der Signalspannung noch die Mischspannung (145 MHz) und (abschaltbar) die 180 MHz-Überlagerungsspannung vom Oszillator gelegt. Die letztgenannte Spannung (siehe 4.3), die ja ebenso wie die Hochfrequenz der Impulse von ein und demselben (1 MHz) Quarzoszillator abgeleitet wird und infolgedessen exakt die Frequenz der HF-Impulse hat, erleichtert die präzise Einstellung /5/ des Magnetfeldes B_0 ganz wesentlich: Hat man einmal das Kernsignal gefunden, so sieht man nach Einschalten der Überlagerung auf dem Signal (Bloch-Abfall und Spin-Echos) eine Schwebung, deren Frequenz durch feines Verändern des Magnetfeldes B_0 zu null zu machen ist; dann stimmt die Frequenz $\omega_0 = \gamma \cdot B_0$ des von den Kernen abgegebene Signals exakt mit der Sendefrequenz überein^{x)}.

x) Es sei hier angemerkt, daß mit Hilfe dieses Verfahrens auf einfache Weise (bei konstanter Meßfrequenz) die zeitliche Konstanz eines Magnetfeldes sehr genau meßbar ist.

/4/ Meinke, Gundlach, Taschenbuch der HF-Technik, S. 933 (1962) und Valley, Wallmann, Vacuum tube amplifiers, London (1948)

/5/ G. Laukien, Handb. d. Physik 38/1 (1958)

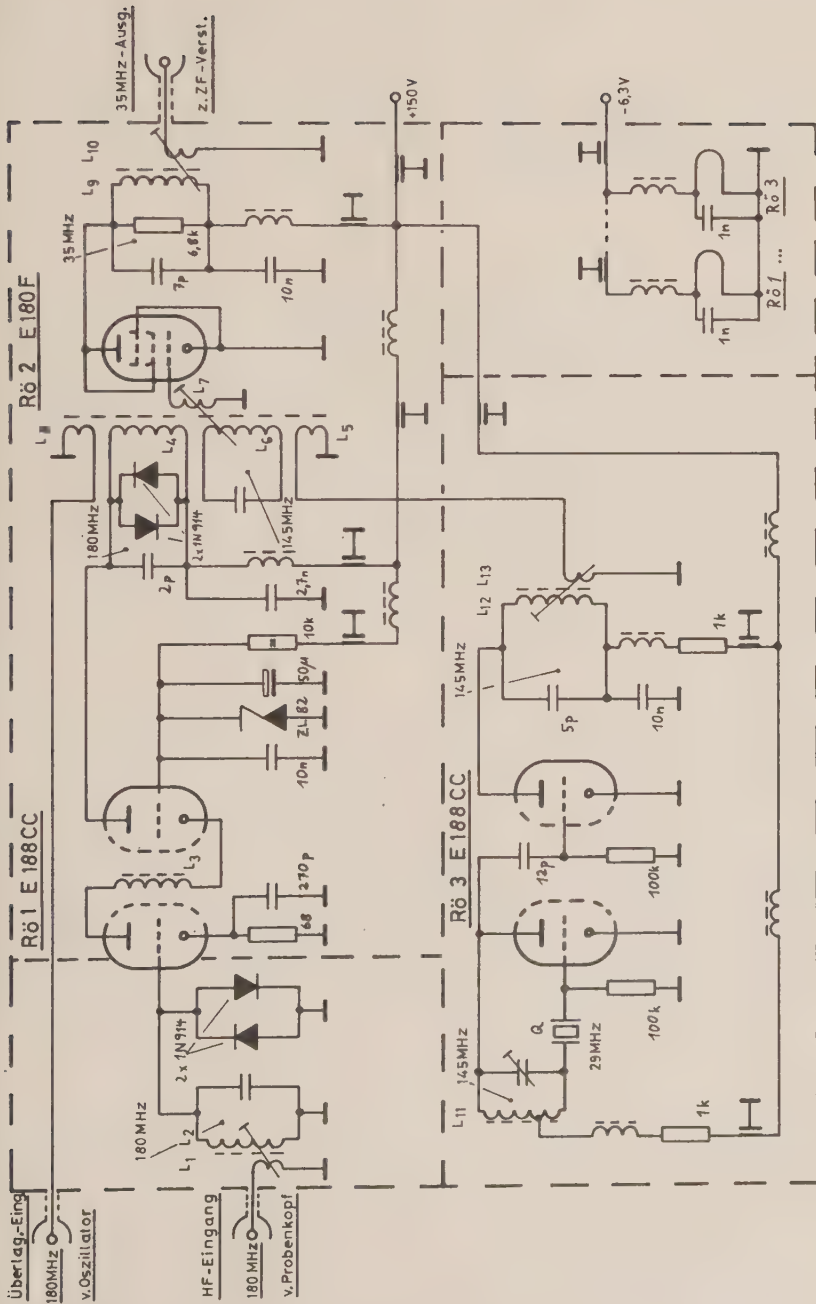


Bild 4.6.2 Schaltbild Vorverstärker (m. Mischstufe)

Der Quarzgenerator für die Mischspannung arbeitet mit einem auf der Oberschwingung $5 f_o = 145 \text{ MHz} = 180 \text{ MHz} - 35 \text{ MHz}$ angeregten Oberschwingungsquarz /6/. Das sich anschließende Triodensystem dient zur Verstärkung und Entkopplung. - Für den 120 MHz-Empfangsverstärker wird ein auf der Oberschwingung $3 f_o = 85 \text{ MHz}$, für Betrieb bei 240 MHz ein auf der Oberschwingung $7 f_o = 205 \text{ MHz}$ angeregter Quarz verwendet.

Der ZF-Verstärker (Bild 4.6.3) enthält drei breitbandige Verstärkerstufen, bei denen der Anodenkreis jeder Stufe auf 35 MHz abgestimmt ist. Alle Schwingkreise wurden mit Hilfe zusätzlicher Widerstände bedämpft, so daß der ZF-Verstärker eine (-3 dB) Bandbreite von 3,5 MHz hat. Die Bandbreite des Vorverstärkers liegt bei 12 MHz, so daß die HF-Bandbreite des ganzen Empfangsverstärkers mehr als 3 MHz beträgt. Die Einstellung der Verstärkung erfolgt durch Verändern der Steuergitterspannung /7/ von RÖ 4 mit Hilfe eines niederohmigen Spannungsteilers. Weiterhin ist eine Verstärkungseinstellung in kleinsten Stufen (1 dB) bis zu - 60 dB mit einer Genauigkeit von 1 % mit Hilfe eines geeichten Abschwächers (siehe 4.8) am Eingang des ZF-Verstärkers vorgesehen.

Der Verstärker arbeitet linear für Ausgangsspannungen zwischen etwa 0,4 V und 12 V (nach Gleichrichtung). Reicht dieser Bereich an der unteren Grenze nicht aus, so ist die Beobachtung des Signals am HF-Ausgang (35 MHz) möglich; jedoch tritt auch hier bei höheren Spannungen (über ca. 15 V) allmählich eine durch die Krümmung der Verstärkerkennlinie der letzten Röhre ("Großsignalverstärkung") bewirkte Sättigung ein; auf die Anwendung der phasenempfindlichen Gleichrichtung zur Umgehung der bei einfacher Diodengleichrichtung stets auftretenden Nichtlinearität bei kleineren Spannungen sei hier nur hingewiesen (siehe 4.8).

/6/ C. Rint, Handb. d. Hochfreq.- u. Elektrotechnik II, 177 (1953)
/7/ Mansfield, Powles, J.Sci. Instr. 40, 235 (1963)

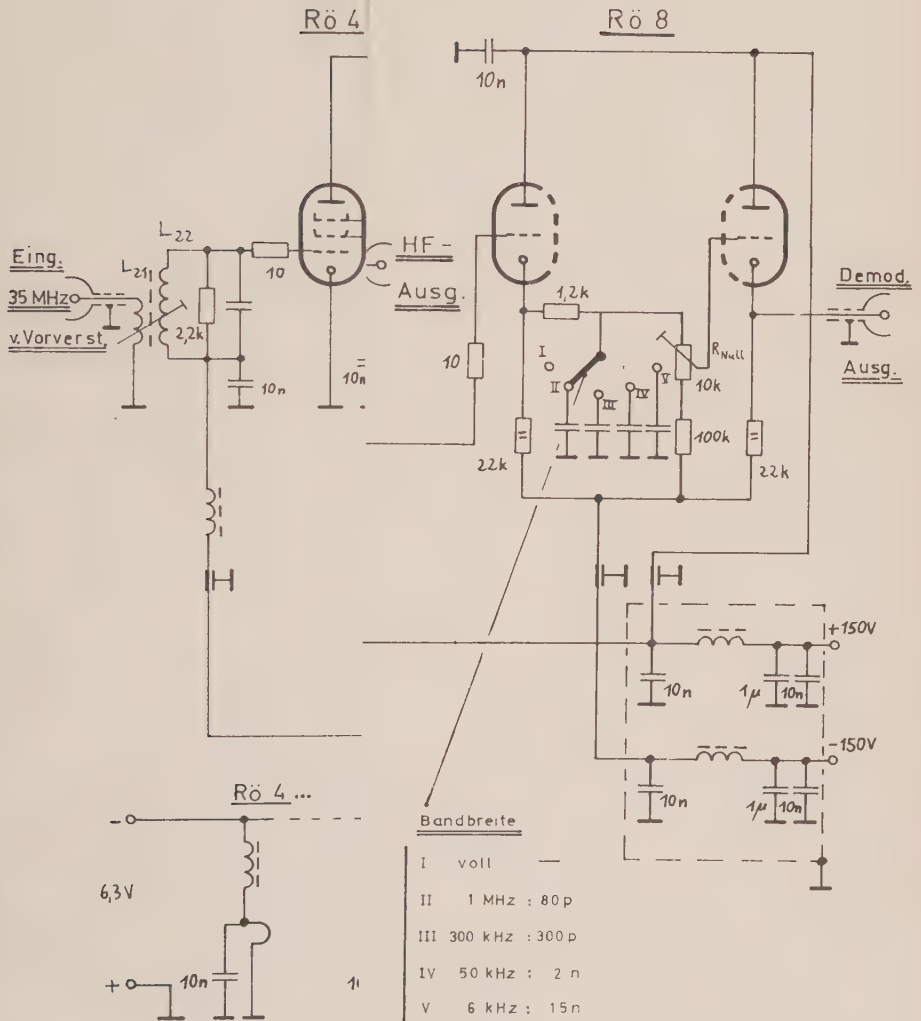


Bild 4.6.3 Schaltbild

ZF-Verstärker 35 MHz



Die Einkopplung der Hochfrequenz zur Gleichrichtung (Demodulation) erfolgt aus dem Anodenkreis von R6 6; R6 7 dient zur Einkopplung des HF-Ausgangs. Vor der Demodulation erfolgt eine in mehreren Stufen umschaltbare Begrenzung, die stets so einzustellen ist, daß der an den Ausgang mit dem demodulierten Signal angeschlossene Oszillograph durch die Impulse nicht übersteuert wird, das Kernsignal aber auch noch nicht begrenzt wird. - Für die Gleichrichtung wurde eine speziell für Bildgleichrichter in Fernsehempfängern entwickelte Germaniumdiode verwendet (OA 90, mit einer Kapazität von weniger als 1 pF und einem Innenwiderstand von einigen hundert Ohm im Durchlaßbereich). Um bei der Gleichrichtung aus der zur Verfügung stehenden HF-Spannung eine möglichst große NF-Signalspannung zu erhalten, muß die Kapazität des Kondensators C_L groß gegen die Diodenkapazität C_d und der Lastwiderstand R_L groß gegen den Innenwiderstand der Diode sein. Das Produkt $R_L \cdot C_L$ ist in seiner Größe aber durch die für die Gleichrichterschaltung erforderliche Bandbreite begrenzt. [Für eine Bandbreite von 2 MHz beispielsweise $R_L \cdot C_L = \frac{1}{2\pi \cdot 2} \mu s \approx 80 \text{ ns}$, also bei einer Schaltkapazität von 5 pF etwa $R_L \cdot C_L = 5,6 \text{ k}\Omega \cdot (10 + 5) \text{ pF}$].-

Die nach der Gleichrichtung folgende Katodenfolgerstufe dient zur Einkopplung.

Mit einer großen Bandbreite (also starker Dämpfung jedes der als Einzelkreis ausgebildeten Koppelglieder zwischen zwei Stufen und Verwendung kleiner Zeitkonstanten in der Gleichrichterschaltung) erreicht man ein rasches Abklingen am Ausgang jeder Stufe im Anschluß an den HF-Impuls, so daß man bei einer großen Bandbreite des Empfangsverstärkers die Totzeit des Impulsspektrometers verringern kann. Andererseits ist aber mit einer großen Empfängerbandbreite eine größere Rauschspannung am Ausgang des Empfangsverstärkers verbunden (die Rauschspannung steigt proportional zur Wurzel aus der Bandbreite der Empfangsanordnung). Bei Messungen an schwachen Proben, bei denen bei Betrieb mit großer Bandbreite die Signalspannung oft nur in der

Größenordnung der Rauschspannung liegt, kann die Bandbreite durch stufenweise Veränderung des am Ausgang des Katodenfolgers (Rö 8, linkes System) liegenden R-C-Gliedes bis auf 6 kHz verringert werden.- Mit einer Bandbreiteverringern ist jedoch (bei kurzen Induktionsabfällen) u.U. auch eine Signalverformung verbunden.^{xx)} Eine Verformung des freien Induktionsabfalls tritt bei Betrieb der Empfangsanordnung mit voller Bandbreite (bis zu Induktionsabfällen mit einer Zeitkonstante von $2\text{ }\mu\text{s}$ herab) hier nicht ein.

Der Einstellwiderstand R_{Null} vor dem letzten Katodenfolger gestattet eine exakte Einstellung des Gleichspannungspegels am Ausgang auf null Volt (ohne Signal) zur Einstellung der Nulllinie des Oszillographen. Alle Stufen von der Gleichrichtung an sind gleichstromgekoppelt; dadurch wird eine Verformung der Nulllinie bei langen Impulsfolgen vermieden. - Auf eine Verstärkung des demodulierten Signals innerhalb des Empfangsverstärkers /9/ wurde verzichtet, da dadurch der Bereich der linearen Verstärkung nicht vergrößert wird.

Mit dem oben beschriebenen Empfangsverstärker betrug bei einer Dauer des 90° - Impulses von $t_{90} \approx 0,8\text{ }\mu\text{s}$ die Totzeit $t_t \approx 0,9\text{ }\mu\text{s}$. In Bild 4.6.4 ist der um die Totzeit t_t verlängert erscheinende 90° - Impuls mit einem Teilstück des sich daran anschließenden freien Induktionsabfalls zu sehen, und man erkennt, daß $(t_{90} + t_t) = 1,7\text{ }\mu\text{s}$ beträgt.

xx) Ausführliche Berechnungen über den Einfluß der Bandbreite der Empfangsanordnung auf die Verformung des Kernsignals sowie eine Methode zur Korrektur des infolge zu geringer Bandbreite verformten Verlaufs sind in /8/ gegeben.

/8/ Barnaal, Lowe, Rev.Sci.Instr. 37, 428 (1966)

/9/ W. Clark, Rev.Sci.Instr. 35, 323 (1964)

Die Einstufung des Drehwinkels α_I , die bei Beobachtung des im Anschluß an Impuls I durch

$$M_{(I)} = M_0 \cdot \sin \alpha_I \cdot \exp \left[-\frac{1}{2} \gamma^2 \Delta B^2 t^2 \right]$$

gegebenen Signals über einen verhältnismäßig breiten Bereich der Impulsdauer nur eine geringe Änderung der Magnetisierung (und damit der Signalspannung) zur Folge hat, auf ihren exakten Wert von $\alpha_I = 90^\circ$ wurde dabei mit Hilfe eines zweiten /10/ Impulses (Drehwinkel α_{II}) durchgeführt: Für die Magnetisierung im Anschluß an den zweiten Impuls gilt in erster^{x)} Näherung:

$$M_{(II)} = M_0 \cdot \cos \alpha_I \cdot \sin \alpha_{II} \cdot \exp \left[-\frac{1}{2} \gamma^2 \Delta B^2 t^2 \right].$$

Macht man den Drehwinkel dieses zweiten Impulses $\alpha_{II} \neq n \cdot \pi$ (also z.B. $\alpha_{II} < 180^\circ$), so wird die Abhängigkeit der Magnetisierung des im Anschluß an Impuls II beobachteten Signals vom Drehwinkel α_I des ersten Impulses durch eine Cosinusfunktion beschrieben, deren untere Hälfte nach oben geklappt ist; dadurch wird der direkte Maximumabgleich (der Signalspannung im Anschluß an Impuls I) durch eine indirekte, aber sehr viel genauere Minimumsjustierung (der Signalspannung im Anschluß an Impuls II) ersetzt.

x) Diese erste Näherung gilt hier mit großer Genauigkeit, da in diesem Fall

$$B_1^2 \gg \Delta B^2.$$

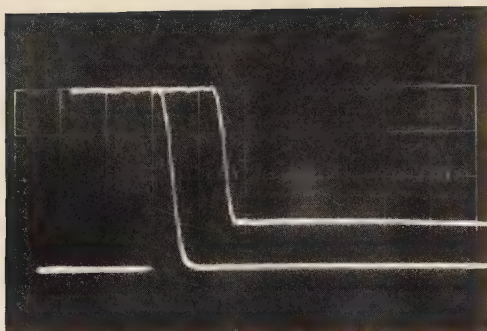


Bild 4.6.4 Teilstück des freien Induktionsabfalls der Protonen einer $0,04 \text{ cm}^3$ großen Probe $0,1 \text{ mol.}$ Lösung Kupfersulfat in H_2O ; x-Ablenkung: $1 \mu\text{s/cm}$, y-Ablenkung: 5 V/cm . Die Aufnahme zeigt, daß die Zeit für den 90° -Impuls mit der Totzeit der Apparatur zusammen ($t_{90} + t_t$) = $1,7 \mu\text{s}$ beträgt. Der eigentliche Impuls geht bis zu der am oberen Bildrand sichtbaren größeren Zacke, daran anschließend erfolgt das Nachschwingen der Empfangsanordnung, das durch das Ausschwingen des Impulses verursacht wird; $0,9 \mu\text{s}$ nach Impulsende ist der Empfänger wieder mit seiner vollen Empfindlichkeit meßbereit. - Die Doppelbelichtung zeigt überlagert im linken Teil des Bildes einen zweiten Impuls, der etwa $100 \mu\text{s}$ später angelegt wurde; seine Dauer wurde nach dem exakten Einjustieren des ersten Impulses auf $\alpha_{\text{I}} = 90^\circ$ (siehe Text) so verlängert, daß $\alpha_{\text{II}} = 180^\circ$ war.

Das bei dieser Messung ermittelte Signal/Rauschverhältnis lag etwa bei 120 : 1; daher ist in der Aufnahme Bild 4.6.4 ein Rauschen nicht zu erkennen. - Die Abschätzung des Verhältnisses der mittels /11,12/ ermittelten Signalspannung

$$U_s \approx 4 \pi \frac{(I + 1)}{5 I} \frac{1}{(a^2 + l^2)^{1/2}} \frac{n \mu^2}{k T} \omega_o B_o w Q V_p$$

a	Durchmesser der Spule
l	Länge " "
w	Windungszahl " "
Q	Güte des Schwingkreises
V _p	Volumen der Probe
n	Anzahl der Kerne (pro cm ³)
I	Kernspin
μ	magnetisches Moment der Kerne
k	Boltzmann-Konstante
T	Temperatur in °K

zu der zu erwartenden Rauschspannung liefert etwa 150 : 1, was als gute Übereinstimmung mit dem durch Messung ermittelten Signal/Rausch-Verhältnis betrachtet werden kann.

Zur Kontrolle der schon oben (vgl. Ziffer 3c) vermuteten Annahme, daß der Überlagerungsempfänger an die unter den hier gegebenen Umständen praktisch erreichbare Grenze der zeitlichen Auflösung heranreicht, wurde außer dem Überlagerungsempfänger in Röhrentechnik für 180 MHz noch ein Geradeaus-Empfänger gebaut, dessen Schaltbild Bild 4.6.5 zeigt. Die Geradeausverstärkung bei 180 MHz gestattet leicht Gesamtbandbreiten von 8 ... 10 MHz bei noch erträglichem Verstärkungsrückgang (Rückgang der Eingangswiderstände $r_e \sim \frac{1}{f^2}$ der Röhrenstufen sowie Verringerung der Resonanzwiderstände der Schwingkreise).

/11/ Luszczyński, Powles, J.Sci.Instr. 36, 60 (1959)

/12/ F. Bloch, Phys.Rev. 70, 460 (1946)

Im Anschluß an eine Cascodestufe (vgl. Bild 4.6.2 Vorverstärker) folgen vier auf 180 MHz abgestimmte Verstärkerstufen; auf einen HF-Ausgang wurde wegen der erhöhten Selbsterregungsgefahr verzichtet. Die Totzeitverminderung - sie betrug im Vergleich zum Überlagerungsempfänger weniger als $0,1 \mu\text{s}$ - war trotz der erheblich größeren Gesamtbandbreite des Empfangsverstärkers sehr gering; das erklärt sich daraus, daß bei gleichgroßer Bandbreite der ersten Stufen der beiden Empfänger beim Überlagerungsempfänger die Verstärkung mit verringerter Bandbreite (im 35 MHz - ZF - Teil) erst im Anschluß an die breitbandige Vorverstärkung erfolgt, also erst von einem Zeitpunkt ab, an dem ein großer Teil der Totzeit infolge Abklingens des HF-Impulses bis zu den Übersteuerungsgrenzen der vorhergehenden breitbandigen Stufen (vgl. Bild 3.1) bereits vergangen ist, so daß sich die Gesamttotzeit durch größte Bandbreite auch noch der letzten Stufen nur noch relativ wenig verringern läßt. Außerdem war bei dem Geradeausempfänger mit der großen Bandbreite die Gesamtverstärkung - sie lag bei $2 \cdot 10^4$ - wesentlich geringer, so daß meist mit dem Überlagerungsempfänger gemessen wurde.

Hier sei noch über einige Versuche berichtet, die unternommen wurden, um mit Hilfe von Sperrschaltungen an der Probenspule und im Empfangsverstärker eine Verkürzung der Totzeit zu erreichen; dabei wurden zunächst verschiedene aus früheren Arbeiten bekannte Anordnungen auf ihre Anwendbarkeit in diesem Spektrometer hin untersucht, es seien jedoch nur die wichtigsten erwähnt.

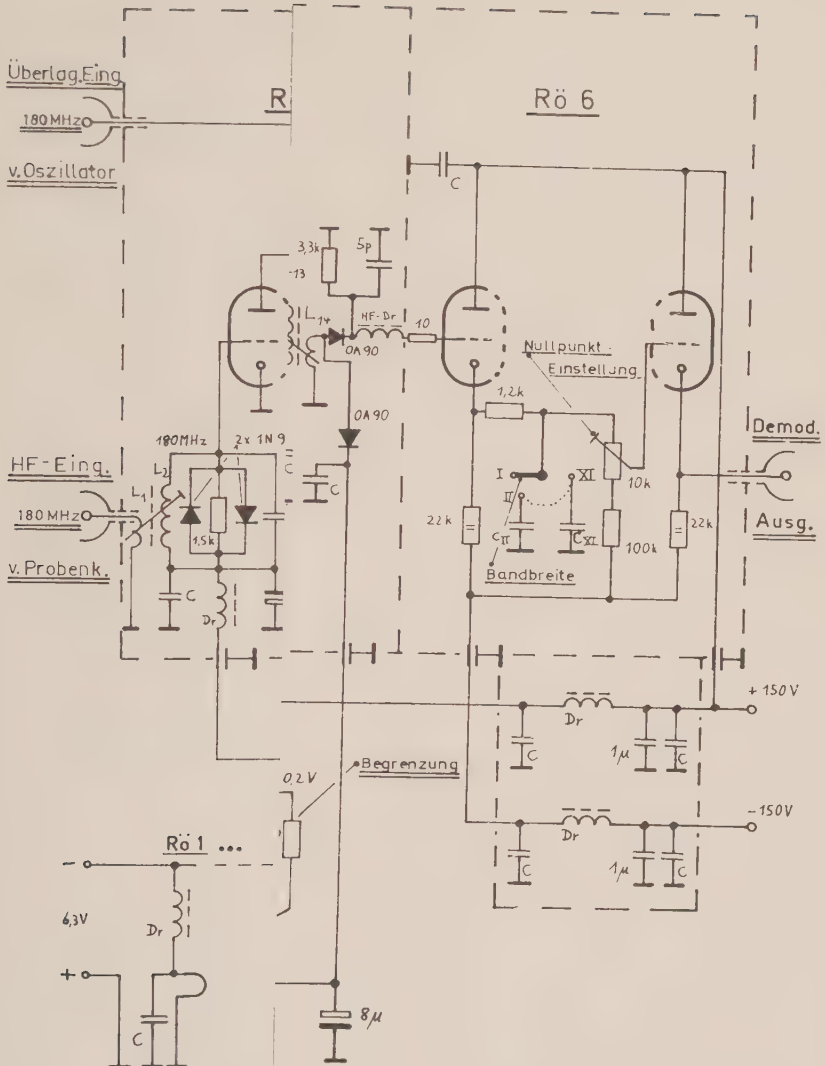


Bild 4.6.5 Schaltbild

Geradeausverstärker 180 MHz



So verwendet Trappeniers ($f_0 = 28,8 \text{ MHz}$) /13/ bei einer Einspulenordnung im Probenkopf ein Thyatron, das am Ende des Impulses gezündet wird und die Probenspule kurzzeitig kurzschließt, um so ein schnelles Ausklingen des Impulses zu erreichen; bei Impulsspektrometern hoher Betriebsfrequenz können nun Thyatrons (und auch Röhren und Transistoren) wegen der hohen Flußdichte des Feldes B_0 nicht in unmittelbarer Nähe (Abstände $\ll \frac{\lambda}{4}$) der Probenspule angebracht werden; weiterhin muß jede zusätzliche (Verdrahtungs-) Kapazität an "hochohmigen" Stellen des Schwingkreises vermieden werden, da sonst wegen der zusätzlichen kapazitiven Belastung eine Resonanzkreisabstimmung auf die hohe Betriebsfrequenz nicht mehr möglich ist.

In Anlehnung an Clark ($f_0 = 2 \dots 30 \text{ MHz}$) /14/, der den Eingang des Empfangsverstärkers kurzzeitig kurzschließt und so die Impulse vom Empfänger fernhält, wurde an der ersten Stufe des Empfangsverstärkers eine Verschiebung des Arbeitspunktes in den sperrenden Bereich der Röhre für die Zeit des Impulses und eine kurze (mit Hilfe eines Monoflops einstellbare) Zeit danach (während des Ausklingens) vorgenommen. Nun wurde der Sender-Impuls zwar vom Empfänger ferngehalten, die Aufhebung des Sperrzustandes durfte aber erst nach Ausklingen des Impulses (etwa kurz vor Erreichen der Signalspannung von größenordnungsmäßig $100 \mu\text{V}$) erfolgen; nun traten im Anschluß an die Arbeitspunktverschiebung kurzzeitig zusätzlich durch den Unterdrückungsimpuls angeregte Ausschwingvorgänge auf, die erst durch stark verminderte Impulsflankensteilheit beseitigt werden konnten; insgesamt wurde dann eine Ver-

/13/ Trappeniers, u.a., Physika 30, 1001 (1964)

/14/ W. Clark, Rev.Sci.Instr. 35, 322 (1964)

längerung der Gesamtzeit des Empfängers ^{xx)} bewirkt.

Weiterhin wurde der Versuch unternommen, mit Hilfe eines Transistor-schalters den niederohmigen, durch ein $\frac{\lambda}{2}$ - Kabel mit dem Probenkopf verbundenen Empfängereingang während des Abfallens des Senderimpulses kurzzeitig kurzzuschließen; dabei sollte durch das $\frac{\lambda}{2}$ - Kabel der Kurzschluß des Empfängereingangs auf den Probenkopf übertragen werden und so ein rasches Ausklingen des Impulses bewirkt werden. Auch hier wurde kein Erfolg erzielt; der Widerstand des Transistors beträgt im leitenden Zustand immer noch etwa 2...4 Ohm, und die Dämpfung des Resonanzkreises im Probenkopf wird (bei fester Kopplung) nur entsprechend dem Quadrat des Windungszahlenverhältnisses der Probenspule, bei nicht so fester Kopplung (wie es hier der Fall ist) in noch geringerem Maße übertragen.

Insgesamt schlugen alle Versuche mit gepulster Austastung bei den Impulsspektrometern der hohen Betriebsfrequenz fehl, die Anwendung der amplitudenabhängigen Dämpfung unter Ausnutzung der Spannungsabhängigkeit des Widerstandes von Halbleiterdioden im Leistungsverstärker (4.4), in der Zuleitung zum Probenkopf (4.5) und in den ersten Stufen des Empfangsverstärkers (s.o.) lieferte die besten Ergebnisse.

xx) Diese Art der Impulsunterdrückung hat sich bei Spektrometern niedriger Betriebsfrequenz bewährt; dort nimmt das Nachschwingen der schmalbandigen Schwingkreise (wie sie ja bei Spektrometern niedriger Betriebsfrequenz benutzt werden) im Anschluß an den HF-Impuls längere Zeit in Anspruch als der Übergang der ersten Stufe vom gesperrten in den verstärkenden Zustand, selbst bei Berücksichtigung einer absichtlich verminderten Flankensteilheit des Unterdrückungsimpulses, so daß (bei gleicher oder sogar erhöhter Empfindlichkeit) dabei insgesamt eine Verkürzung der Totzeit erzielt wird.

4.7 Stromversorgung des Spektrometers

Für den Betrieb des Spektrometers wurden ausnahmslos stabilisierte Gleichspannungsquellen benutzt. Es standen Netzteile für folgende Spannungen zum Betrieb des Impulsspektrometers und des eingebauten Oszillographen zur Verfügung:

Heizspannung	6,3 V max.	20 A,
	-150 V "	300 mA,
	+150 V "	800 mA,
	+300 V "	100 mA,
	+600 V "	100 mA,
	+1600 V "	50 mA.

Die Baugruppe für + 1600 V ist erdfrei aufgebaut, so daß nach Serienschaltung mit der Baugruppe für + 600 V bei Bedarf eine Spannung von + 2200 V für den Betrieb der Endstufe im Leistungsverstärker zur Verfügung steht. - Alle Spannungen außer der Heizspannung werden erst ca. zwei Minuten nach Einschalten des Gerätes an den zu den einzelnen Einschüben führenden Kabelstamm gelegt /1/ ; bei Ausfall der Spannung - 150 V werden sofort alle übrigen Spannungen (außer der Heizspannung) abgeschaltet, damit bei Ausfall der negativen Gittervorspannungen der Röhren im Oszillator- und Leistungsverstärker-Einschub auch deren Anoden- und Schirmgitterspannungen abgeschaltet werden.

Wichtig ist, daß die einzelnen Stufen und Einschübe des Spektrometers hochfrequenzmäßig gut gegeneinander entkoppelt sind. Insbesondere wurde darauf geachtet, daß unmittelbar im Anschluß an die Impulse auf den Stromversorgungsleitungen keine Spannungseinbrüche vorhanden sind; darüberhinaus ist durch Hochfrequenzsperrern (mit Durchführungskondensatoren) und Abschirmungen in allen Einschüben

/1/ Valvo, Techn.Inf.f.d. Industrie, Heft 26 s, S. 7 (1957)

dafür Sorge getragen, daß vom Oszillator her über die spannungsversorgenden Leitungen keine Hochfrequenz, in der die Sendefrequenz enthalten ist, zum Probenkopf oder Empfänger gelangt /2/. - Die Versorgungsspannungen können mit Hilfe eines in den Leistungsverstärkereinschub eingebauten Instruments überwacht werden.

Für den Betrieb der transistorisierten Einheiten des Empfangsverstärkers und der Hochfrequenzeinheiten des Oszillatoreinschubs (siehe 4.8) wurden stabilisierte Netzteile (± 15 V; 1 A sowie $+ 24$ V ; 0,5 A) /3/ verwendet. - Der (transistorisierte) Impuls-generator verfügt über eine eigene Stromversorgung.

/2/ Meinke, Gundlach, Taschenbuch der HF-Technik, S. 931 (1962)
/3/ W. Bitterlich, Elektronik, S. 590 (1967)

4.8. Transistorisierung der einzelnen Einheiten des Spektrometers

Beim Aufbau dieses Impulsspektrometers für den Betrieb bei vergleichsweise hohen Arbeitsfrequenzen sollte auf die Verwendung von Transistoren nicht verzichtet werden; im folgenden wird auf die Möglichkeit der Transistorisierung der einzelnen Einheiten eingegangen, und es werden die ggf. erforderlichen Abänderungen und die erweiterten Möglichkeiten besprochen.

Der zur Verfügung stehende Impulsgenerator (einschließlich des 1 MHz-Quarz-Oszillators) ist bereits volltransistorisiert.

Bei den Austast- und Frequenzvervielfacherstufen des Oszillatoreinschubs (bis 60 MHz-Impulse) konnte auf bereits entwickelte Einheiten, die schon für die Ansteuerung durch den transistorisierten Impulsgenerator ausgelegt sind, zurückgegriffen werden. Die Ausgangsspannung der Treiberplatine, die zur Ansteuerung der Röhrenstufen im Leistungsverstärker durch die nun transistorisierten Einheiten des Oszillatoreinschubs erforderlich ist, liegt bei $u_{ss} \approx 60$ V, die Abfallzeit am Impulsende bei 100 ns; somit ist die Ansteuerung der vorhandenen Leistungsverstärker ohne eine zusätzliche röhrenbestückte Verstärkerstufe möglich.

Beim Leistungsverstärker (mit den für die Arbeitsfrequenz erforderlichen Vervielfacherstufen) wurde von einer Transistorisierung vorläufig Abstand genommen, da Transistoren ausreichender Leistungsfähigkeit für hohe Frequenzen noch nicht zur Verfügung stehen bzw. erst in der Entwicklung sind. - Die weitere Frequenzvervielfachung (60/120; 60/180; 120/240 MHz) ist bei geringerer Leistung mit Transistoren durchaus durchführbar, die eigentliche Leistungsverstärkung müßte aber auch dann wieder mit Hilfe eines mehrstufigen Röhrenverstärkers erfolgen. - Prinzipiell lassen sich alle Stufen

(Gegentaktgeradeausverstärker, Push-Push-Verdoppler, Gegentaktverdreifacher) mit Transistoren aufbauen, jedoch ist die für die Ansteuerung der Transistorstufen erforderliche Steuerleistung (insbesondere bei höheren Frequenzen) im Vergleich zu der bei Röhrenschaltungen größer, so daß die Stufenzahl gegenüber der der Röhrenschaltung entsprechend zu erhöhen ist. Weiterhin ist zu berücksichtigen, daß bei Transistorschaltungen die zulässigen Impulsleistungen wesentlich niedriger /1/ liegen als man aus dem Mittelwert der Leistung errechnen würde.

Beim Empfangsverstärker wurde zunächst eine gruppenweise Transistorisierung der ZF-Version durchgeführt. Es wurde ein transistorisierter ZF-Verstärker (35 MHz) mit den Transistoren BF 173 /2/ in Emitterschaltung aufgebaut, wobei aufgrund der geringen Rückwirkungskapazität ($-C_{12e} \approx 0,23 \text{ pF}$) der verwendeten Transistoren auf eine Neutralisation verzichtet werden konnte. Die Bandbreite betrug 5 MHz, die Verstärkung ca. 70 dB. - Im Anschluß an das Auswechseln des röhrenbestückten ZF-Verstärkers gegen den transistorisierten wurde die Transistorisierung der HF-Vorstufe für 120 MHz und der Mischstufe vorgenommen: Für die HF-Vorstufe ist wegen der starken Empfindlichkeit von (Planar-Epitaxial-) HF-Transistoren gegenüber hohen Basisspannungen (Senderimpuls) ein Feldeffekttransistor (2 N 4416) in source - (Katoden -) Schaltung eingesetzt; in der sich anschließenden Mischstufe wurde ein BF 173 in Emitterschaltung, wobei Signal- und Mischspannung (85 MHz) auf die Basis /3/ gegeben werden, gewählt. - Eine Einstellbarkeit der Verstärkung wurde mit

/1/ Rusche, Wagner, Weitsch, Flächentransistoren S. 95 (1961)

/2/ Valvo, Techn.Inf.f.d. Ind. 91, (1966)

/3/ Walston, Miller, Transistor Circuit Design, S. 321

Hilfe eines zwischen Mischstufe und $\dot{Z}F$ -Verstärker angeordneten Dämpfungsgliedes ^{x)} vorgenommen, da bei Verstärkungseinstellung durch Veränderung des Arbeitspunktes bei Transistoren (im Gegensatz zu Röhren) die Eingangs- und Ausgangsadmittanzen verändert werden, wodurch (u.a.) die Durchlaßkurvenform eine Veränderung erfährt; weiterhin bleibt bei der gewählten Art der Verstärkungseinstellbarkeit die Linearität der Verstärkung bei den unterschiedlichen Verstärkungseinstellungen besser erhalten. Die Signalspannungen konnten (nach niederohmiger Auskopplung und Gleichrichtung) bis auf etwa 4 Volt verstärkt werden, bei höherer Verstärkung trat eine Begrenzung ein.

Die eben beschriebene Transistorisierung des Empfangsverstärkers mit Zwischenfrequenzteil ermöglicht nach geringfügiger Abänderung und Ergänzung die Betriebsart "phasenempfindliche Gleichrichtung" mit ihren bekannten Vorteilen (Verbesserung der Linearität bei kleinen Signalspannungen und Verbesserung des Signal/Rauschverhältnisses) auch noch bei Arbeitsfrequenzen, die oberhalb der für phasenempfindliche Gleichrichter anwendbaren Frequenzgrenze (etwa 40 MHz /4/) liegen. Beim Geradeausempfänger verlangt ein phasenkohärentes System eine kontinuierliche Spannung der Meßfrequenz (Larmorfrequenz); diese kann, gelangt sie auf irgendeinem Wege an die Probe, eine Sättigung der Probe einleiten und so das Meßergebnis verfälschen. Bei Anwendung der phasenempfindlichen Gleichrichtung beim Überlagerungsempfänger ist diese Gefahrenquelle ausgeschaltet, da hier (s.u.) die Referenzspannung die Frequenz des Zwischenfrequenzverstärkers hat. - Bei der Durchführung nach diesem Verfahren ist aber nun erforderlich, daß außer der Referenzspannung für den phasenempfindlichen Gleichrichter auch die Mischspannung für die Mischstufe von derselben

x) RT-1 von W. u. G.; Z = 50 Ohm, Abschwächung stufenlos max. 60 dB

Spannungsquelle (hier durch Frequenzvervielfachung von 1 MHz) abgeleitet wird wie die Hochfrequenz für die Impulse selbst. Bild 4.8.1 zeigt das Blockschaltbild eines Empfangsverstärkers (Beispiel 120 MHz), bei dem zur Beobachtung des Kernsignals wahlweise die Betriebsarten:

- (I) Diodengleichrichtung,
- (II) HF-Signal (auf ZF umgesetzt), und
- (III) phasenempfindliche Gleichrichtung

eingestellt werden können. Als ZF wurde dabei eine Frequenz von 36 MHz gewählt, weil sich die für die Mischstufe dann erforderliche Frequenz von 84 MHz besser von der 1 MHz-Schwingung des Quarzoszillators durch Frequenzvervielfachung ableiten läßt als 85 MHz:

$$\begin{aligned} 85 \text{ MHz} &= (17 \cdot 5) \text{ MHz}, \\ 84 \text{ MHz} &= (7 \cdot 3 \cdot 2 \cdot 2) \text{ MHz}. \end{aligned}$$

Natürlich ist auch hier eine Frequenz-Vervielfachung, bei der Frequenzen in der Nähe der Zwischenfrequenz (36 MHz) vorkommen, zu vermeiden (vgl. 4.6). Diese Bedingung läßt sich bei Vervielfachung in der Reihenfolge

$$1 \text{ MHz} \dots 7 \text{ MHz} \dots 14 \text{ MHz} \dots 28 \text{ MHz} \dots 84 \text{ MHz}$$

am besten erfüllen, wenn man berücksichtigt, daß die Frequenzvervielfachung am günstigsten bei niedrigeren Frequenzen durchgeführt wird. - Die hier beschriebene Empfangsanordnung läßt sich im Prinzip auch mit röhrenbestückten Stufen aufbauen, jedoch sind hier insbesondere für die zahlreichen neu hinzugekommenen Frequenzvervielfacher Transistorstufen, die sich auf vergleichsweise kleinem Raum unterbringen lassen, erheblich besser geeignet.

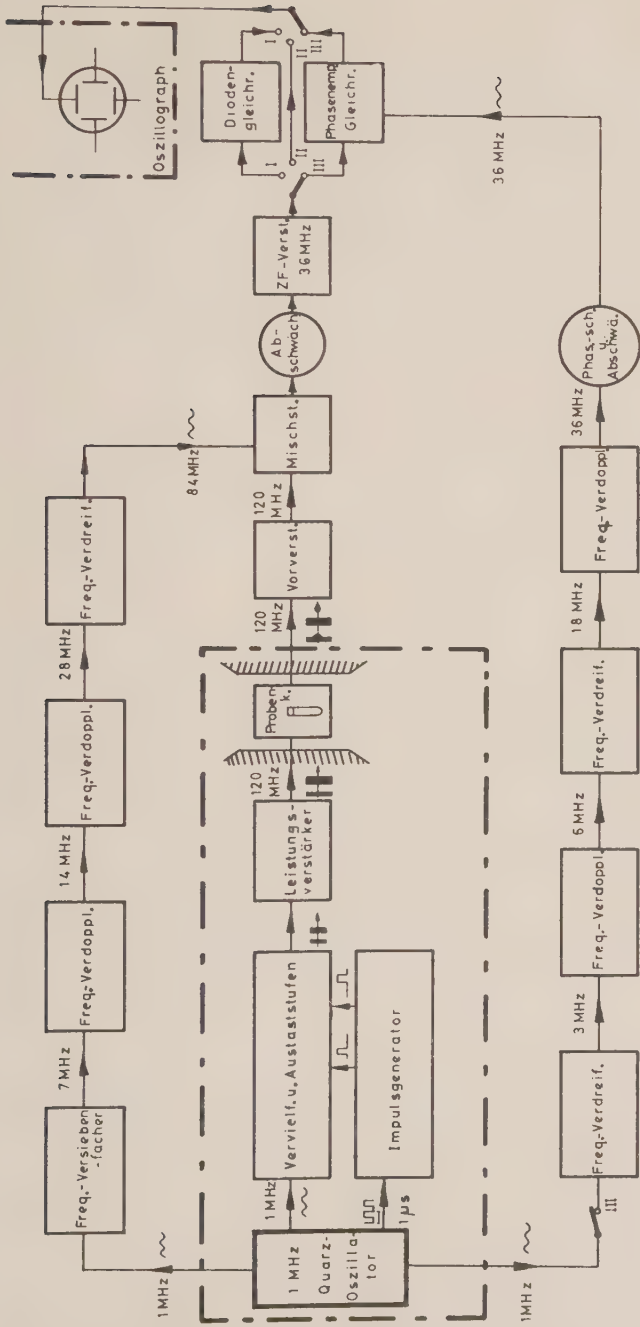


Bild 4.8.1

Blockschaltbild für den 120 MHz - Empfangsverstärker mit phasenempfindlicher Gleichrichtung (III)
 im Zusammenwirken mit den anderen Einheiten des Impulsspektrometers (in stark vereinfachter Form innerhalb der durch Strichpunktierung abgegrenzten Fläche)

In der letzten Zeit wurden spezielle Transistortypen entwickelt, die auch noch im Frequenzbereich um 100 MHz in Emitterschaltung /5/ einsetzbar sind. Die Rückwirkungskapazität dieser Transistoren (BF 121) wurde durch eine besondere Schirmelektrode und Verkleinerung des Transistorsystems bis auf $-C_{12e} = 0,14 \text{ pF}$ verringert; mit diesen Transistoren wurde ein Geradeausverstärker gebaut, der im Anschluß an die mit einem Feldeffekt-Transistor (2 N 4416) bestückte Eingangsstufe einen vierstufigen 120 MHz-Verstärker mit synchronen einkreisigen Bandfiltern /6/ enthält. Bild 4.8.2 zeigt eine Stufe des vierstufigen, mit den Transistoren BF 121 bestückten Verstärkers; alle vier Stufen sind im Prinzip gleich aufgebaut, lediglich die Transfor-

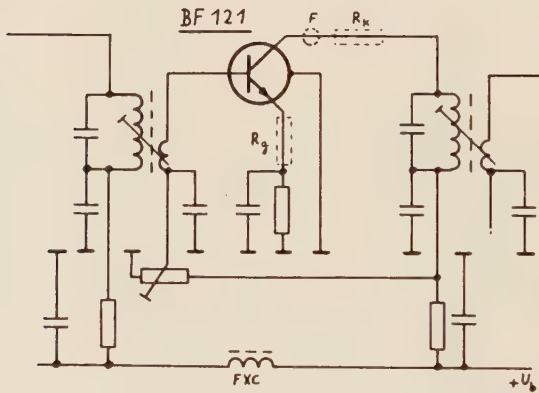


Bild 4.8.2 Eine Stufe des 120 MHz-Geradeausverstärkers.

/5/ ITT, Transistoren 1967/68

/6/ W. Hettterscheid, Selektive Transistorverstärker I, S. 166

mationsverhältnisse der ersten und der letzten Stufe wurden den entsprechenden Anforderungen angepaßt. Antiparallel geschaltete Dioden zur Verringerung der Übersteuerung wurden an den ersten beiden Schwingkreisen vorgesehen; der Emitterstrom jeder Stufe ist auf $I_E \approx 4 \text{ mA}$ eingestellt. Die niedrigen (durch das Windungszahlverhältnis transformierten) Eingangswiderstände der Transistorstufen bedämpfen die Schwingkreise, so daß schon ohne zusätzliche Bedämpfung eine große Bandbreite (ca. 8 MHz) erzielt wurde. Die Einstellung der Verstärkung erfolgt durch ein zwischen der ersten und zweiten Stufe eingefügtes Dämpfungsglied. - Auf eine Neutralisation konnte auch bei diesem Verstärker verzichtet /7/ werden; dabei wurde durch schmale, mit der Massefläche verbundene Kupferstreifen zwischen Basis- und Kollektoran-schluß dafür gesorgt, daß nicht durch parasitäre Kapazitäten die Rückwirkungskapazität vergrößert wurde. Durch sorgfältige Wahl der Erdpunkte und extrem kurze Verbindungen der kritischen Leitungen sowie eine sorgfältige Verdrosselung der Versorgungsleitungen (mittels FXC-Drosseln) konnte die Schwingneigung weiter vermindert werden.

Die Sicherheit gegen eine Schwingneigung der bei Großsignalaussteuerung arbeitenden letzten Stufe (Änderung der Transistorparameter bei großer Aussteuerung) kann durch einen Kollektorwiderstand R_K zwischen Kollektor des Transistors und Ausgangskreis /8/ erhöht werden; durch diesen (nicht kapazitiv überbrückten) Widerstand wird weiterhin eine durch die Aussteuerungsabhängigkeit der Kollektorkapazität zustandekommende Verformung der Durchlaßkurve vermieden. Der durch den (ohmschen) Widerstand bewirkte Verstärkungsverlust kann durch Verwendung einer Ferritperle F anstelle des Widerstandes auf ein vernachlässigbar- geringes Maß von unter 1 dB herabgesetzt werden, eine Verringerung der Endstufen - Ausgangsspannung tritt dann praktisch nicht auf. Das Aussteuerungsverhalten der letzten ZF-Stufe

/7/ Walston, Miller, Transistor Circuit Design, S. 292

/8/ Siemens, Techn. Mitt. Halbleiter 1-6300-120, S. 19 und S. 27

wurde weiterhin durch einen in der Emitterzuleitung angebrachten - nicht kapazitiv überbrückten - Gegenkopplungswiderstand $R_g = 22 \Omega$ verbessert, die Kurve wurde in ihrem Gesamtverlauf linearisiert /8/; die durch Gegenkopplung bewirkte Verminderung der Verstärkung macht etwa den Faktor zwei aus. - Die Konstanz der Verstärkung lag - nach einer Einlaufzeit von 30 Min. über 5 Std. gemessen - bei -3 %. Der Empfänger zeigte bei Temperaturänderungen zwischen 0°C und $+60^\circ\text{C}$ und Versorgungsspannungsänderungen um $\pm 10\%$ keine Neigung zur Instabilität. - Als Totzeit wurde - wie beim Röhrenempfänger für 120 MHz - $t_t \approx 1,2 \mu\text{s}$ ermittelt. - Als Versorgungsspannung wurde für alle HF-Einheiten im Empfänger $U_{\text{Betr}} = +15 \text{ V}$ verwendet.

Bei der Stromversorgung des Spektrometers sind die Stabilisierungsschaltungen für die Niederspannungseinheiten (Heizung 6,3 V, 20 A sowie $\pm 15 \text{ V}$ und $+24 \text{ V}$ für die transistorisierten HF-Einheiten) und die Baugruppen $\pm 150 \text{ V}$ sowie (nach Aufstockung) $+300 \text{ V}$ bereits transistorisiert. Eine Transistorisierung der Hochspannungseinheit ist wegen eines gegenüber der Röhrenschaltung erheblich erhöhten Aufwandes z.Zt. noch nicht sinnvoll.

Die verwendeten stromstabilisierten Magnet-Netzgeräte und das Shim-Netzgerät sind volltransistorisiert; (teil-) transistorisierte Oszillographen sind in verschiedenen Ausführungen erhältlich.

4.9 Magnet und Polschuhe; Messung der Homogenität des Magnetfeldes B_0

Für Messungen bei 120 MHz ($B_0 \approx 28,2$ kG für Protonen) waren ein Magnet B-E 25 C 8 der Bruker-Physik AG, Karlsruhe, mit kontinuierlich verstellbaren Polkernen von 25 cm Durchmesser sowie ein dazu angepaßtes stromstabilisiertes 10 kW-Netzgerät (Erregung 125 000 AW) vorhanden. Es wurden konische Polschuhe aus Kobalteisen mit einem Stirnflächendurchmesser von 10 cm verwendet; die Luftspaltbreite betrug 19,5 mm.

Für Messungen bei 180 MHz benötigt man (für Protonen) ein Magnetfeld mit einer Flußdichte $B_0 \approx 42,3$ kG; hierfür standen ein Bruker-Magnet B-E 40 A 11 (konische Polkerne mit 33,2 cm Durchmesser an der Polkernaustrittsfläche) mit einem dem Magnet angepaßten stromstabilisierten 40 kW-Netzgerät zur Verfügung. - Um erste Erfahrungen mit der Polschuhform zu sammeln, die für die Erzielung einer guten Homogenität bei der hohen Flußdichte geeignet ist, wurden zunächst Polschuhe aus Reinst Eisen verwendet, die in einem Luftspalt von 9 mm bei einem Stirnflächendurchmesser von 15 mm die für ein erstes Suchen des Kernsignals erforderliche Flußdichte bereitstellten. Messungen des Feldverlaufs ergaben einen "Overshoot" an den Randzonen. Durch wiederholtes "Brechen" der Kanten wurde empirisch die Homogenität nach und nach verbessert.

Die Homogenität des Magnetfeldes kann durch Beobachten des Echos einer 90° - 180° - Folge (oder aus dem durch Inhomogenität beeinflussten Induktionsabfall) in einfacher Weise ermittelt werden. Weist das Magnetfeld im Bereich des Probenvolumens einen linearen Gradienten auf, so ist dann, wenn der Querschnitt der Probe in Richtung des Gradienten konstant bleibt, die Verteilungsfunktion $P(b)$ für die magnetische Flußdichte $b = B - B_0$ mit dem Mittelwert $\bar{b} = 0$ eine Rechteckfunktion. Ist die Inhomogenität nur auf statistisch verteilte Fehler der Polschuhe zurückzuführen, so kann man für $P(b)$ eine

Gauss-Verteilung ansetzen. Gauss- und Rechteckverteilung stellen Grenzfälle einer Feldverteilung dar. Die Berechnung des Verlaufs der resultierenden Magnetisierung und damit des Verlaufs des Kernsignals /1/ ergibt für den Fall der Rechteckverteilung bei einer $90^\circ - 180^\circ$ - Impulsfolge ein Spin-Echo mit den charakteristischen "Füßchen",

$$\frac{M}{M_0} = \left| \frac{\sin(r \Delta B t)}{r \Delta B t} \right| ,$$

während man für eine Gauss-Verteilung des Feldes ein gaussförmiges Spin-Echo erhält. Nachdem durch Verrücken der Polschuhe (s.u.) die Lineargradienten weitgehend verringert waren, wurde in guter Näherung ein gaussförmiger Verlauf des Spin-Echos gemessen, so daß für die Ermittlung der Homogenität mit dem Vorhandensein einer Gauss-Verteilung für P (b) gerechnet wurde. Für das Spin-Echo einer $90^\circ - 180^\circ$ - Impulsfolge gilt dann in erster Näherung /2/:

$$M_E = - M_0 \exp \left\{ - \frac{1}{2} r^2 \Delta B^2 (t_v - t)^2 \right\} .$$

Hieraus erhält man den Zusammenhang /3/ zwischen der in Sekunden gemessenen Halbwertsbreite $T_{1/2}$ des Spin-Echos und der in Gauss gemessenen Halbwertsbreite ΔB der Inhomogenitätsstreuung (bei Protonen) zu:

$$\frac{\Delta B}{G} = 0,88 \cdot 10^{-4} \cdot \frac{1}{\frac{T_{1/2}}{s}} .$$

/1/ G. Laukien, Handbuch der Physik 38/1, S 163 (1958)

/2/ G. Laukien, Zeitschr. f. Naturforschung 11a, 232 (1956)

/3/ V. Printz, Diplomarbeit TH Karlsruhe (1962)

Bei einer Probe von 3,6 mm Durchmesser bei 4 mm Füllhöhe konnte durch Verändern der Polschuhform und Verrücken der Polschuhe die Homogenität auf $\frac{\Delta B}{B_0} \approx 4 \cdot 10^{-4}$ verbessert werden. Diese Homogenität (Echo-Halbwertsbreite $T_{1/2} = 5, \mu s$) war für Messungen von T_2 aus dem Signalabfall bei weitem nicht ausreichend. - Bessere Homogenität läßt sich (bei gleicher Flußdichte) durch Verwendung von Polschuhen mit höherer Sättigungsmagnetisierung erreichen, eine Eisen-Kobalt-Legierung /4/ (50 % Eisen, 50 % Kobalt) weist einen gegenüber Reinst Eisen (mit 21,6 kG) um ca. 3 kG höheren Wert der Sättigungsmagnetisierung auf. Wegen der im Vergleich zu Reinst Eisen sehr hohen Kosten für Polschuhe, die ganz aus Kobaltein bestehen, wurden konische Polschuhkombinationen aus Reinst Eisen und Kobaltein verwendet (vom Polkern bis zu einem Durchmesser von 24 cm Reinst Eisen, von da ab Kobaltein, siehe Bild 4.9.1). Dabei wurde bei einem Stirnflächendurchmesser von 35 mm (Luftspaltbreite 9 mm) das erforderliche Feld erreicht. Der auch hier anfänglich wieder vorhandene starke "Overshoot" wurde wiederum empirisch durch Brechen der Kanten und anschließendes Verrunden so weit abgebaut, daß die Homogenität auf einen Wert von etwa $4 \cdot 10^{-5}$ über das Probenvolumen verbessert werden konnte. (Polschuhform der Kobaltein eisenkappen siehe Bild 4.9.2). Bei einem Probendurchmesser von 1 mm und einer Füllhöhe von 2,5 mm wurde sogar eine Echo-Halbwertsbreite von $350 \mu s$ gemessen, das entspricht einer Homogenität von $6 \cdot 10^{-6}$. Hier brachte die weiter unten erwähnte Korrektur des Feldverlaufs mit Hilfe von Strömshims keine Homogenitätsverbesserung mehr.

Um einen möglichst axialsymmetrischen Feldverlauf zu erhalten, erwies es sich als ungeheuer wichtig, die Polschuhe so auszurichten, daß ihre Mittelachsen zusammenfallen. Dieses Einstellen wurde beim 25-Magnet mit seinen beweglichen Polkernen ganz wesentlich durch die Möglichkeit, die Polschuhe zusammenfahren zu können, erleichtert. -

Beim 40-Magnet (feste Polkerne) wurde dieses Justieren durch wiederholtes "Verrücken" der Polschuhe vorgenommen, wobei nach jedem Verrücken der Feldverlauf in x- und y- Richtung wieder neu ermittelt werden mußte.

Eine weitere Verbesserung der Homogenität über das Probenvolumen wird wohl durch Verwendung von Polschuhen, die ganz aus Kobalteisen bestehen, zu erreichen sein. Dabei trägt vermutlich den kleineren Teil der Verbesserung die Verwendung von mehr Kobalteisen bei, den größeren Teil der Verbesserung wird der Fortfall der Übergangsstelle von Reinst-eisen auf Kobalteisen im stark konischen Teil der Polschuhe und der Fortfall der auch bei sauberstem Drehen unvermeidbaren Kante an der Übergangsstelle bringen. - Auf eine Verbesserung der Homogenität durch Verwendung von Stromshims wird im folgenden Kapitel eingegangen.

Für Messungen bei 240 MHz (entsprechend 56,4 kG bei Protonen) ist ein Cryomagnet vorgesehen /5/; um mit einem herkömmlichen Magneten eine so hohe Flußdichte /6/ in einem ausreichend breiten Luftspalt /7/ (bei genügender Homogenität) zu erzielen, würde die erforderliche Eingangsleistung kaum vertretbar hohe Werte annehmen.

/5/ G. Bogner, Siemens-Zeitschr. 39, 357 (1965)

/6/ Huber, Primas, Nuclear Instr. and Meth. 33, 125 (1965)

/7/ Ernst, Primas, Ber. d. Bunsenges. 67, 263 (1963)



Bild 4.9.1 Probenkopf f. 180 MHz im Magnetfeld ($B = 42,3 \text{ kG}$)
Im Vordergrund rechts der Vorverstärkerkasten, der den
180 MHz-Vorverstärker, die Mischstufe und den Quarz-
oszillator (Schaltung siehe Bild 4.6.2) enthält



Bild 4.9.2 Kobalteisenkappen, mit Hilfe von Messingringen auf
die aus Reinst Eisen bestehenden Zwischenstücke auf-
geschraubt. (Luftspaltweite 9 mm).

4.10 Erhöhung der Homogenität des Magnetfeldes B_0

mit Hilfe von Stromshims

In /1/ ist gezeigt, daß man bei genügend guter Ausgangshomogenität (besser als 10^{-4}) mit Hilfe geeigneter Spulen- und Leiteranordnungen jeden der linearen Gradienten x ; y ; z und der quadratischen Gradienten $x^2 + y^2 - 2z^2$; $x^2 - y^2$; $x \cdot y$; $x \cdot z$; $y \cdot z$ einzeln korrigieren kann ohne Fehler höherer Ordnung einzuführen. - Die Messungen des ohne Shimspulen vorhandenen Feldverlaufs ergaben, daß die linearen Gradienten in x - und y -Richtung im Vergleich zum $(r^2 - 2z^2)$ -Gradienten ($r^2 = x^2 + y^2$) gering sind; die bei Anordnung der Probenachse in x - bzw. y -Richtung für einen Lineargradienten in der entsprechenden Richtung charakteristischen "Füßchen" waren verschwunden (vgl. 4.9). Eine probeweise durchgeführte Shimmung des z -Gradienten brachte keine sichtbare Verbesserung der Homogenität. Den bei weitem stärksten Anteil an der Inhomogenität bringt der Randfeldabfall, den man bei ausreichender Axialsymmetrie des vorhandenen Feldes mit Hilfe von zwei zwischen den Polschuhen angeordneten flachen, axialsymmetrischen Spulen korrigieren kann. Ausführliche Berechnungen in /2/ ergeben, daß man dann, wenn man für die Shimspulen einen (mittleren) Durchmesser $d_0 = 0,86 p$ (p = Polschuhabstand) wählt, den Shimspulenstrom so dimensionieren kann, daß die Inhomogenität zweiter Ordnung des ursprünglichen Feldes exakt kompensiert wird, ohne daß dabei eine zusätzliche Inhomogenität vierter Ordnung eingeführt wird. Diese Berechnung gilt für den Fall, daß a) die Shimspulen direkt an den Polschuhen anliegen und b) die relative Permeabilität des Polschuhmaterials groß gegen eins ist. Voraussetzung a) ist bei der Anwendung in dem hier vorliegenden Fall ziemlich gut erfüllt; dagegen bedeutet die Tatsache, daß die Polschuhe sehr weit in Sättigung betrieben werden, daß die relative Permeabilität des Polschuhmaterials nicht mehr groß gegen eins ist. Dadurch gehen die Spiegelbilder der stromdurchflossenen Windungen bezüglich der Spiegelung an den Polschuhoberflächen zum Teil verloren, und die korrigierbaren Werte des Randfeldabfalls werden kleiner.

/1/ W. Anderson, Rev.Sci. Instr. 32, 241 (1961)

/2/ Primas, Günthard, Helv. Phys. Acta 30, 331 (1957)

Der Abstand p der beiden Polschuhe beträgt $p \approx 9$ mm; damit ergibt sich für den mittleren Shimspulendurchmesser $d_o = 0,86 p \approx 7,8$ mm. - Zur Shimmung wurden mit Hilfe einer dafür angefertigten Form Flachspulen aus eisenfreiem "Backlackdraht"^{x)} von 0,1 mm $\varnothing$ gefertigt (Bild 4.5.1). Probeweise wurden verschiedene Paare ein- und mehrlagiger Flachspulen mit unterschiedlichen Windungszahlen im Probenkopf ausprobiert. Den größten Gewinn an Homogenität brachte ein Paar einlagiger Flachspulen mit einem mittleren Durchmesser von 8 mm und je 25 Windungen bei einem Spulenstrom von 300 mA. - Zur Speisung der Shimspulen wurde ein stromstabilisiertes Netzgerät /3/ (Bild 4.1.2) aufgebaut, dem man einen Strom $I \leq 1$ A entnehmen kann. Damit konnte der für größte Homogenität (ermittelt durch größte Echohalbwertsbreite) erforderliche Shimspulenstrom I_{opt} überschritten werden, so daß für Ströme $> I_{opt}$ ein Wiederabnehmen der Homogenität zu beobachten war. - Eine probeweise eingeführte Speisung der beiden Spulen mit Spulenströmen unterschiedlicher Stärke (Korrektur des z-Gradienten /4/) brachte keine Verbesserung.

Durch die zusätzliche Korrektur des Randfeldabfalls mit Hilfe von Shimspulen konnte die Echohalbwertsbreite $T_{1/2}$ bei gleichem Probevolumen (3,6 mm Durchmesser, 4 mm Füllhöhe) von 55 μ s auf fast 90 μ s vergrößert werden (Bild 4.10.1); das entspricht einem ΔB von etwa 1 G und damit einer Homogenität von $\frac{\Delta B}{B_o} \approx 2,4 \cdot 10^{-5}$ über das Probevolumen.

x) Thermofix S, Schweiz, Isolawerke, Breitenbach

/3/ Valvo GmbH, Transistor-Schaltungen S. 92 (1963)

/4/ Carr, Purcell, Phys. Rev. 94, 636 (1954)

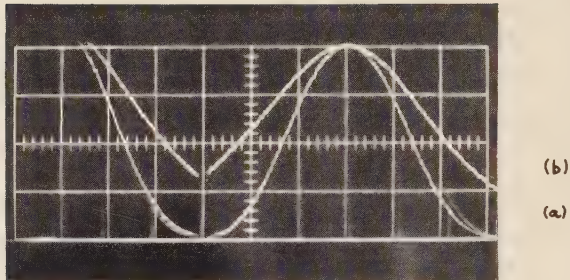


Bild 4.10.1 (Zeitablenkung 20 µs/cm)
Induktionsabfall und Spin-Echo einer 90°-180°-
Impulsfolge (a) ohne und (b) mit Korrektur des
Randfeldabfalls mit Hilfe der Stromshims. -
Aus der Echohalbwertsbreite $T_{1/2}$ ergibt sich

$$\frac{\Delta B}{G} = 0,88 \cdot 10^{-4} \cdot \frac{1}{\frac{T_{1/2}}{s}}$$

für Fall (a) mit $T_{1/2} \approx 55 \mu s$ zu $\Delta B \approx 1,6 G$, d.h. $\frac{\Delta B}{B_0} \approx 4 \cdot 10^{-5}$,

für Fall (b) mit $T_{1/2} \approx 88 \mu s$ zu $\Delta B \approx 1 G$, d.h. $\frac{\Delta B}{B_0} \approx 2,4 \cdot 10^{-5}$.

Abmessungen der Probe (Lösung von $Cu SO_4$ in H_2O):
3,6 mm Durchmesser, 4 mm Füllhöhe.

5. Meßergebnisse für einige spezielle Fälle und Bemerkungen dazu

Bei der Untersuchung der Protonenspektren von Festkörpern /1/ werden die Linienbreiten der Resonanzlinien im wesentlichen durch Dipol-Dipol-Wechselwirkung /2/ bestimmt. Am übersichtlichsten liegen die Verhältnisse in einem Einkristall, bei dem die Protonen paarweise angeordnet sind. Der Abstand zwischen den Protonen A und B soll geringer sein als der Abstand zum nächsten Paar, so daß man in erster Näherung die Wechselwirkung mit den Nachbargruppen vernachlässigen kann. Das Proton A präzediert im äußeren Feld und erzeugt am Ort des Protons B ein statisches und in Richtung der Verbindungslinie zwischen A und B ein rotierendes Feld, dessen Vektor im rechten Winkel zum äußeren Felde B_0 läuft. Wegen der zwei möglichen Einstellungen des Protons A ($I = 1/2$) wird das Feld am Ort des Protons B entweder verstärkt oder geschwächt, und das Signal spaltet in ein Dublett auf. Das gleiche gilt für das Proton A durch die Einwirkung von B. Man findet für jeden Kern ein Dublett mit der Aufspaltung

$$\delta B_{dd} = 3\mu r^{-3} (3 \cos^2 \theta - 1),$$

wobei r der Abstand zwischen Kern A und B und θ der Winkel zwischen der Bindungsrichtung und dem äußeren Felde B_0 ist. Sind A und B Protonen, so sind die Unterschiede in der chemischen Verschiebung vernachlässigbar klein gegenüber dieser Aufspaltung, und man findet eben nur dieses Dublett. Dreht man den Kristall und ändert damit den Winkel θ , so ändert sich die Aufspaltung. Aus der Größe der Aufspaltung kann der Abstand A-B im Kristall berechnet werden, aus der Veränderung beim Drehen des Kristalls die Lage der Kernverbindungs-

/1/ Ebert, Seifert, Kernresonanz im Festkörper, S. 35 (1966)

/2/ H. Suhr, Anwendung d. Kernm.Res.i.d.org. Chemie, S. 369 (1965)

linien im Kristall ermittelt werden. - Auf diese Weise wurde schon verschiedentlich die Anordnung der Wassermoleküle in Hydraten bestimmt /3 - 6/. In einer musterhaften Arbeit von Pake /7/ wurde aus der Aufspaltung der Proton - Proton - Abstand in einem Gips-Einkristall zu $1,53 \text{ \AA}$ ermittelt.

Der mit Hilfe der Impulsspektrometrie erhaltene freie Induktionsabfall ist die Fourier-Transformierte /8-9/ des angeregten Spektrums, das man beim langsamen adiabatischen Resonanzdurchgang erhält. Man kann also auch mit Hilfe des zeitlichen Verlaufs des Abfalls im Anschluß an einen 90° - Impuls den Proton-Proton-Abstand in Hydraten von Einkristallen ermitteln, wobei man bei einem Zwei-Linien-Spektrum ein oszillierendes Verhalten des Induktionsabfalls /10/ erhält, das relativ leicht auszuwerten ist. Man muß dazu den Zeitabstand t_0 der ersten Nullstelle vom 90° - Impuls im Verlauf des Abfalls ermitteln und kann bei bekannter Richtung der Proton-Proton-Verbindungsline im Kristall den Proton-Proton-Abstand r_{pp} bestimmen. Dabei ergaben sich bisher jedoch zwei Schwierigkeiten (vgl. /11/): Die Werte von r_{pp} liegen bei Hydraten nahezu alle zwischen $1,5 \text{ \AA}$ und $1,65 \text{ \AA}$ /12/, und man erhält für t_0 Werte von einigen Mikrosekunden. Nun sind aber die Beziehungen, mit deren Hilfe sich auf einfache Weise r_{pp} ermitteln läßt, unter der Annahme eines gegen t_0 kurzen 90° - Impulses abgeleitet. Weiterhin muß aber auch die sich an den 90° - Impuls anschließende Totzeit des Impulsspektrometers die Beobachtung der ersten Null-

-
- /3/ E. Andrew, Ber.d.Bunsenges. 67, 295 (1963)
 - /4/ McGrath, Silvidi, J. chem.Phys. 34, 322 (1961)
 - /5/ Pederson, Holcomb, J.chem.Phys. 38, 61 (1963)
 - /6/ Silvidi, McGrath, J.chem.Phys. 32, 924 (1960)
 - /7/ G. Pake, J.chem.Phys. 16, 327, (1948)
 - /8/ A. Abragam, The Principles of Nuclear Magnetism S. 114 (1961)
 - /9/ Ernst, Anderson, Rev.Sci. Instr. 37, 93 (1966)
 - /10/ Lowe, Norberg, Phys. Rev. 107, 46 (1957)
 - /11/ G. Krüger, Dissertation TH Stuttgart (1961)
 - /12/ McGrath, Silvidi, J.chem.Phys. 34, 324 (1961)

stelle zur Ermittlung von t_0 gestatten. Es werden also Impulsspektrometer benötigt, die einerseits zwecks Erreichung kurzer 90° -Impulse Felder hoher magnetischer Flußdichte B_1 bereitzustellen gestatten, die andererseits aber (bei den intensiven Impulsen) kürzeste Totzeiten aufweisen. Das vorhandene Gerät mit einer Impulsdauer von $t_{90} \approx 0,8 \mu\text{s}$ und einer Totzeit von weniger als $1 \mu\text{s}$ ist für Messungen der oben erwähnten Art besonders gut geeignet, und es sei als Beispiel die Messung des Proton-Proton-Abstandes eines Gips-Einkristalls ($\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) angeführt.

Die bereits erwähnte Arbeit von Pake zeigt u.a. die Aufspaltung der Resonanzlinie in zwei Linien für den Fall, daß B_0 parallel zur $[010]$ -Achse und damit in Richtung der b-Achse des Kristalls angelegt ist. Die Kristallstruktur des Gipses und die Lage der Protonen sind aus /12 - 14/ bekannt. - Für die Zeit t_0 wurde durch Messung $t_0 = (13 \pm 1) \mu\text{s}$ ermittelt; das entspricht einem Proton - Proton - Abstand /15, 16/ von $r_{pp} = 1,59 (\pm 0,04) \text{\AA}$.

Bild 5.1 zeigt die Aufnahme eines solchen Abfalls mit der $[010]$ -Achse in Richtung des Feldes B_0 im Anschluß an einen 90° - Impuls. Die Aufnahme wurde bei 180 MHz mit einer Zeitablenkung von $5 \mu\text{s}$ pro Teilung gemacht; die Breite des aus einem natürlichen Gipskristall herausge-

/13/ W. Wooster, Zeitschr. f. Kristallographie 94, 386 (1936)

/14/ Holcomb, Pedersen, J.chem.Phys. 36, 3274 (1962)

/15/ Atoji, Rundle, J.chem.Phys. 29, 1311 (1958)

/16/ B. Pedersen, J. chem. Phys. 39, 725 (1963)

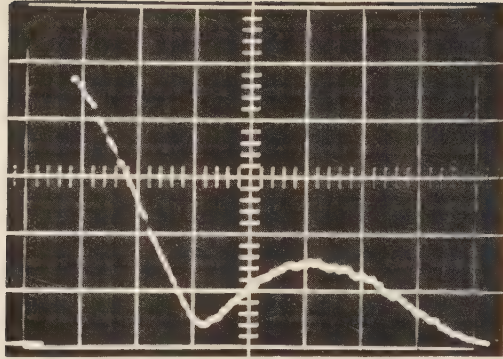


Bild 5.1 Freier Induktionsabfall einer Gips-Einkristallprobe ($V_p = 0,015 \text{ cm}^3$) mit der b-Achse in Richtung des Feldes B_0 ; $f_0 = 180 \text{ MHz}$; Zeitablenkung $5 \mu\text{s}/\text{cm}$. Die Impulsflanken sind wegen der großen Flankensteilheit nicht abgebildet, die Abbildung des eigentlichen Impulsdaches liegt außerhalb des oberen Bildrandes.

schnittenen Einkristalls betrug $3,5 \text{ mm}$, die Dicke $1,1 \text{ mm}$, die von der Probenspule erfaßte Länge des Kristalls $4,0 \text{ mm}$, so daß als das Volumen V_p der Probe nur $V_p = 0,015 \text{ cm}^3$ betrug. Alle Messungen wurden bei Raumtemperatur ($\approx 25^\circ\text{C}$) bei 180 MHz bei größtmöglicher Flußdichte B_1 vorgenommen.

Bild 5.2 zeigt außer dem Abfall für den Fall, daß B_0 in Richtung der b-Achse des Kristalls (wie in Bild 5.1) liegt, den Abfall für B_0 in Richtung der a-Achse (B_0 parallel $[100]$); in dem letztgenannten Fall erhält man bei der kontinuierlichen Kernresonanz keine Aufspaltung sondern nur eine breite Linie $1/17$, in der Impulsspektrometrie somit einen nullstellen-"freien" Abfall.

Im folgenden sei das Verhalten von Festkörpern bei einigen Zwei-Impuls-Folgen näher gezeigt. - Bei den mit Hilfe des hier beschriebenen Spektrometers vorgenommenen Messungen ist von Bedeutung, daß sich aufgrund der vollkohärenten Betriebsweise (Ableitung des Impulsprogramms und der Trägerschwingung für die HF-Impulse von der Schwingung e i n e s Mutterquarzes) eine feste Phasenverschiebung der Hochfrequenz der einzelnen Impulse für große und für kleine $/18/$ Impulsabstände einstellen läßt. Als Probe wurde wiederum ein Gips-Einkristall ($I = 1/2$) mit der $[010]$ -Achse in Richtung des Gleichfeldes B_0 gewählt. Bereits in Bild 5.1 und 5.2 ist gezeigt, daß der Abfall im Anschluß an einen 90° - Impuls $/19/$ von der Form

$$\left| \cos \frac{1}{2} \gamma \delta B_{dd} t \right| \cdot \exp \left[- \frac{1}{2} (\gamma \Delta B_2 t)^2 \right]$$

ist, wobei γ das Gyromagnetische Verhältnis von Protonen, δB_{dd} der Linienabstand ($\delta B_{dd} \approx 10\text{G}$ bei Gips), ΔB_2^2 das zweite Moment des Spektrums ($\Delta B_2 \approx 1\text{G}$ bei Gips) ist. Läßt man vor Abklingen des Bloch-Abfalls einen zweiten Impuls (90° oder 180°) folgen, so hängt $/18/$ der Verlauf des Signals entscheidend von der Phasenlage der Hochfrequenz dieses zweiten Impulses in bezug auf die des ersten Impulses ab. Für eine 90° , t_v , 90° 0° - Folge (wobei der Index 0° bedeutet, daß die hochfrequenten Trägerschwingungen der beiden Impulse in Phase sind) ist das Signal im Anschluß an den zweiten Impuls null, und zwar unabhängig vom Abstand t_v der beiden Impulse. Das ist für eine Zeit t_v von $20\mu\text{s}$ in Bild 5.3 gezeigt; der kleine Rest Signal kommt daher, daß aufgrund der Überlänge des Kristalls der Impuls an den Enden der Probenspule wegen der dort herrschenden Inhomogenität des Feldes B_1 die Magnetisierung, die von den dort vorhandenen Spins stammt, nicht um 90° gedreht hat. - Hat nun die HF-Trägerschwingung des zweiten Impulses eine Phasenverschiebung von 90° gegenüber der des ersten, hat man also eine Folge 90° , t_v , 90° 90° , so gilt für das Signal

$/18/$ P. Mansfield, Phys. Rev. 137, A 961 (1965)

$/19/$ Powles, Mansfield, Physics Letters 2, 58 (1962)

zu einer Zeit t_v' nach dem zweiten Impuls

$$\left| \cos \frac{3}{4} \gamma^2 n^2 (1 - 3 \cos^2 \theta) r^{-3} (t_v' - t_v) \right| .$$

Die Größe des Signals ist hier in starkem Maße vom zeitlichen Abstand der beiden Impulse abhängig: Wählt man die Zeit t_v nun so, daß der zweite Impuls mit dem Zeitpunkt eines Teilmaximums zusammenfällt, so sollte dieser zweite Impuls keinen Einfluß haben; das ist in Bild 5.4 gezeigt. - Wenn man den zweiten Impuls zu einem Zeitpunkt zwischen den Teilmaxima anlegt, so sollte das nachfolgende Signal einen "Spiegel" Effekt zeigen; das ist in Bild 5.5 für einen Fall gezeigt.

Bemerkenswert ist, daß das von $(t_v' - t_v)$ abhängende Signal einer 90° , t_v , $90^\circ_{90^\circ}$ - Folge für den Fall $t_v' = t_v$ unabhängig von θ ist. Daher sollte bei einer pulverförmigen Probe, bei der die Orientierungswinkel θ zufällig verteilt liegen, das von den einzelnen Teilchen resultierende Signal auslöschende Interferenzen bewirken, außer in der Nachbarschaft von $t_v' = t_v$. So erhält man dann ein Echo, wie es von flüssigen Proben wohl bekannt ist. - Das Echo einer pulverisierten Gipsprobe zeigt Bild 5.6. Diese "solid" - Echos bei pulverförmigen Festkörperproben erhält man jedoch nur bei 90° , t_v , $90^\circ_{90^\circ}$ - Folgen, nicht dagegen wie bei Proben im flüssigen Zustand bei 90° , t_v , 180° - Folgen.

Alle Überlegungen und Messungen sind hier für den Resonanzfall ($\omega_0 = \gamma \cdot B_0$) durchgeführt. Untersuchungen über Festkörperechos bei Abweichungen vom Resonanzfall sowie bei Folgen von mehr als zwei Impulsen sind in /20/ näher ausgeführt.

/20/ Hausser, Siegle, Physics Letters 19, 356 (1965) und
Mansfield, Ware, Physics Letters 22, 133 (1966)

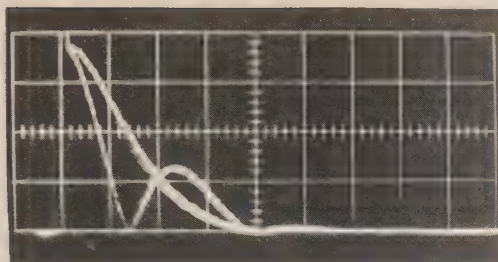


Bild 5.2 90° - Impuls; B_0 in Richtung b- und a-Achse

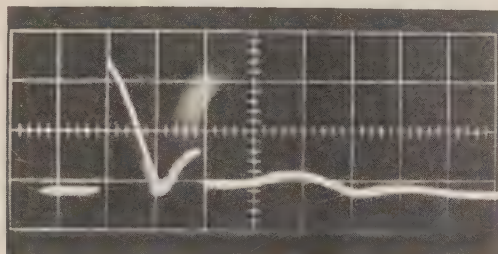


Bild 5.3 90° , t_v , 90° - Folge; B_0 in Richtung b-Achse

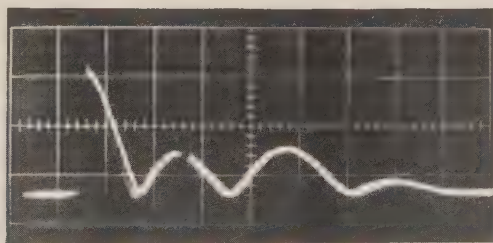


Bild 5.4 90° , t_{v1} , 90° - Folge; B_0 in Richtung b-Achse

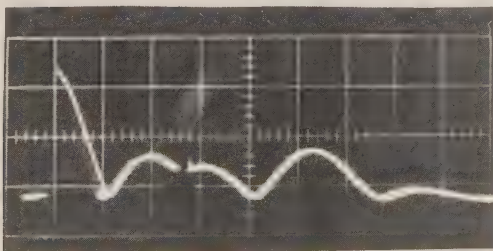


Bild 5.5 90° , t_{v2} , 90° - Folge; B_0 in Richtung b-Achse

(Zeitablenkung: $10 \mu\text{s/cm}$)

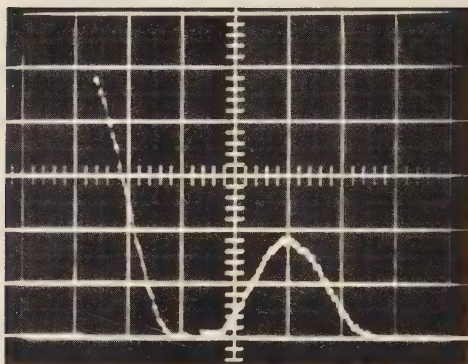


Bild 5.6. "solid" - Echo einer pulverförmigen Gipsprobe im Anschluß an eine $90^\circ, t_v, 90^\circ_{90^\circ}$ - Impulsfolge; Zeitablenkung $10 \mu\text{s/cm}$

Als abschließendes Meßbeispiel sei noch gezeigt, wie man trotz der (wenn auch kurzen, so aber doch stets vorhandenen) Totzeit eines Impulsspektrometers den gesamten Bloch-Abfall im Anschluß an einen Impuls bei breiten Kernresonanzlinien (also kurzen Spin-Spin-Relaxationszeiten) bei Festkörpern in seinem ganzen Verlauf sichtbar machen kann, den normalerweise durch die Totzeit verdeckten Teil des Abfalls (Bild 5.7) also doch auswerten kann (zero time resolution /21/). Allerdings ist bei der Anwendung dieses Verfahrens Voraussetzung, daß man von dem eigentlichen Abfall noch etwa $2/3$ sieht; weiterhin soll auch wieder die Dauer t_{90} des 90° - Impulses kurz gegen T_2 sein. Sind diese beiden Bedingungen ausreichend erfüllt, so kann man in einem Durchgang mit Hilfe von zwei Impulsen den gesamten Bloch-Abfall sichtbar machen. - Das in diesem Bericht be-

/21/ Powles, Strange, Proc. Phys.Soc. 82, 6 (1963)

schriebene Spektrometer ist für diese Meßmethode ^{x)} in geradezu idealer Weise geeignet, und zwar für Substanzen mit Relaxationszeiten $T_2 > 2\mu\text{s}$.

Die Kenntnis des gesamten Bloch-Abfalls ist deshalb von Bedeutung, weil dadurch die direkte Bestimmung des zweiten Moments (und höherer Momente) der Absorptionslinie möglich ist. Diese sind als Quelle exakter Strukturinformation /23, 24/ von großer Wichtigkeit und mit der kontinuierlichen Kernresonanz-Methode bei großer Linienbreite nur an Hand von langwierigen und schwierigen Messungen zu erhalten.

Bei der Meßmethode, die deshalb von grundlegender Bedeutung ist, weil sich auch mit großer Anstrengung die Totzeit bei Impulsspektrometern in Zukunft kaum wesentlich unter $1\mu\text{s}$ wird bringen lassen, geht man wie folgt vor:

Man setzt die Probe einer 90° , t_v , 90° - Folge aus und beobachtet für den Signalverlauf nach dem zweiten Impuls ein Maximum (Echo) zum Zeitpunkt $2 t_v$ nach dem ersten Impuls (Bild 5.8). Die Amplitude dieses Echos wird mit kleiner werdendem t_v größer und nähert sich dem (wegen der Totzeit nur abschätzbaren) Signalmaximum zu Beginn des Bloch-Abfalls in Anschluß an einen einzelnen 90° - Impuls (Bild 5.9). Der Verlauf des Signals vom Maximalwert des nur teilweise sichtbaren Echos zum Zeitpunkt $2 t_v$ ab ist dann in guter Näherung der des Blochabfalls, und zwar für jeden Wert statischer Dipol-Wechselwirkung, - Es ist nun zweckmäßig, mit Impulsabständen t_v zu arbeiten, die nur geringfügig länger sind als die Totzeit t_t der Apparatur, so daß das Kernsignal seinen Maximalwert gerade

x) Die Möglichkeit, statt des gesamten Verlaufs $M(i)$ nach einem Impuls unter bestimmten Voraussetzungen M punktwise mit Hilfe einer Folge von drei Impulsen abtasten und dadurch die Totzeit der Apparatur umgehen zu können, ist wesentlich komplizierter und zeitraubender und sei hier nicht weiter beschrieben /22/.

/22/ Jeener, Broekaert, Phys. Rev. 157, 232 (1967)

/23/ B. Pederson, J. chem. Phys. 39, 720 (1963)

/24/ H. Strehlow, Magn. Kernres. u. chem. Struktur S. 58, S. 123 (1962)

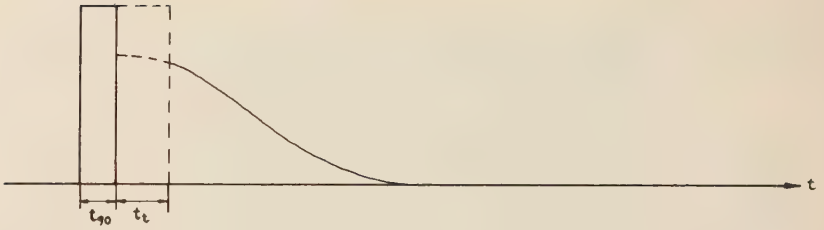


Bild 5.7

t_{90} Impulsdauer f. 90°-Impuls

t_t Totzeit der Apparatur

t_v Impuls-Abstand

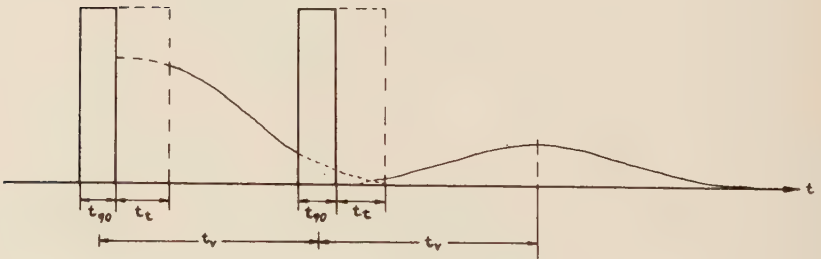


Bild 5.8 Fall a

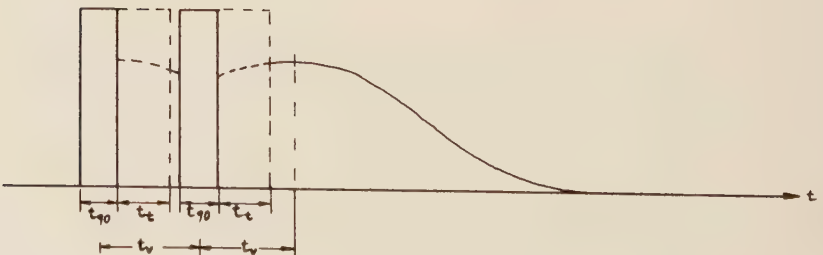


Bild 5.9 Fall b

Erläuterungen im Text

dann zeigt, wenn man es (nach Verstreichen der Totzeit im Anschluß an den zweiten Impuls) wieder beobachten kann (Bild 5.9).

In Bild 5.10 ist der in Bild 5.8 als Fall a geschilderte Fall an einem Beispiel gezeigt, während Bild 5.11 den in Bild 5.9 als Fall b beschriebenen Fall darstellt, in dem der gesamte Verlauf des freien Induktionsabfalls in guter Näherung sichtbar ist.

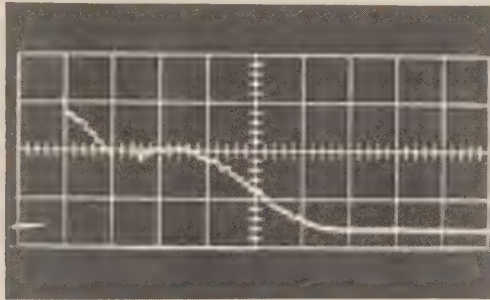


Bild 5.10 Signal einer 90° , t_v , 90° 90° - Folge (Fall a)
(Zeitablenkung: $5 \mu\text{s}/\text{cm}$)

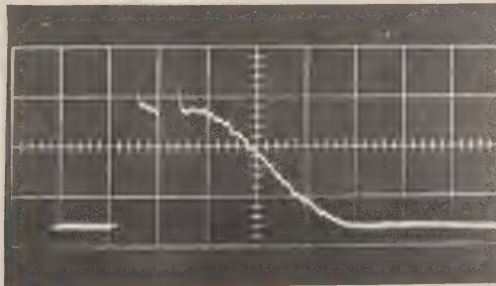


Bild 5.11 (Fall b) Der Verlauf des Signals vom Maximum im Anschluß an den zweiten Impuls ist eine gute Näherung des wahren Bloch-Abfalls

6. Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit war es, ein Impulsspektrometer zu entwickeln, mit dem der Verlauf auch noch kürzester freier Induktionsabfälle meßtechnisch erfaßt werden kann, um die Möglichkeit zu schaffen, mit Hilfe der Kernresonanz einen noch tieferen Einblick in den inneren Aufbau von Festkörpern zu erhalten.

Es wird ein ausschließlich für vollkohärente Betriebsweise ausgelegtes Impulsspektrometer beschrieben, das für drei Arbeitsfrequenzen vorgesehen ist:

120 MHz ; 180 MHz; 240 MHz.

Die Kanäle für 120 und 180 MHz wurden voll ausgebaut, der 240 MHz-Kanal ist weitgehend vorbereitet. - Für den Wechsel von einer Frequenz zu einer anderen ist für den Betrieb des Spektrometers außer dem Probenkopf nur der Leistungsverstärkereinschub (mit seinen Frequenzvervielfachern) und der Empfänger-Vorverstärker (mit dem entsprechenden Mischteil) auszuwechseln. -

In einem gesonderten Kapitel wird auf die Transistorisierung der einzelnen Einheiten eingegangen.

Im Anschluß an den grundlegenden Aufbau der Apparatur für den Betrieb bei den drei genannten Frequenzen wird unter Berücksichtigung der Maßnahmen zur Erzielung eines hohen zeitlichen Auflösungsvermögens eingehender auf den Aufbau des 180 MHz - Kanals eingegangen. Bei dieser Betriebsfrequenz beträgt die Dauer t_{90} für einen 90° -Impuls

$$t_{90} \approx 0,8 \mu\text{s};$$

das entspricht einer Flußdichte des magnetischen Wechselfeldes von

$$2 B_1 \approx 150 \text{ G.}$$

Die Totzeit t_t , gemessen bei einer Wasserprobe mit einem Volumen von $V_p = 0,04 \text{ cm}^3$, beträgt

$$t_t = 0,9 \mu\text{s};$$

man kann also nach einer Zeit

$$(t_{90} + t_t) \approx 1,7 \mu\text{s}$$

nach Impulsbeginn das Kernsignal beobachten.

Die Homogenität des Magnetfeldes von

$$B_0 \approx 42,3 \text{ kG}$$

konnte durch besondere Formung der Polschuhe eines Eisenmagneten und Korrektur des Randfeldabfalls mit Hilfe von Shimspulen, die innerhalb des Probenkopfes angebracht sind, bei einer Probe von 3,6 mm Durchmesser und 4 mm Füllhöhe bis auf

$$\frac{\Delta B}{B_0} = 2,4 \cdot 10^{-5}$$

verbessert werden. Die Homogenität wurde dabei aus der Halbwertsbreite der Spin-Echos ermittelt, die mit Hilfe des beschriebenen Impulsspektrometers beobachtet wurden.

Mit der Apparatur für 180 MHz wurde bei einem Gips-Einkristall ($\text{Ca SO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) die durch Dipol-Dipol-Wechselwirkung bedingte Linienaufspaltung, die sich in der Impulsspektrometrie als Schwebung (abhängig von der Orientierung des Kristalls im Magnetfeld B_0) im Verlauf des freien Induktionsabfalls im Anschluß an einen 90° - Impuls auswirkt, sichtbar gemacht. Weiterhin wird die hierdurch ermöglichte Proton - Proton - Abstandsbestimmung im Einkristall (bei bekannter Kristallstruktur), für die sich das Impulsspektrometer erst wegen der hohen Flußdichte B_1 und der kurzen Totzeit verwenden läßt, erläutert. - Das Verhalten des Einkristalls bei Anlegen von zwei Impulsen wird in Abhängigkeit vom Impulsabstand und der Phasenlage der hochfrequenten Trägerschwingung der beiden Impulse gegeneinander untersucht. Hierauf wird das Zustandekommen eines Echos bei einer pulverförmigen Gipsprobe im Anschluß an eine 90° - t_v - $90^\circ_{90^\circ}$ - Folge beschrieben und an einem Beispiel gezeigt. - In einem Beispiel ist demonstriert, wie man mit dem hier beschriebenen Spektrometer bei großer Flußdichte B_1 und kurzer Totzeit mit Hilfe von zwei Impulsen bei Festkörpern den freien Induktionsabfall in seinem g a n z e n Verlauf sichtbar machen kann.

ANHANG: Berechnung der Senderleistung aus der Flankensteilheit
 ===== des HF-Impulses.

Für die Feldstärke in der (langen) Zylinderspule im Probenkopf gilt

$$(1) H = \frac{w \cdot I}{l}$$

und bei einer Probensubstanz mit der relativen Permeabilitätszahl

$$\mu_r = 1$$

$$(2) B = \frac{\mu_0}{l} \cdot w \cdot I.$$

Die Induktivität der Zylinderspule mit der Querschnittsfläche $A = \frac{V}{l}$ ist

$$(3) L = \frac{\mu_0}{l} \cdot w^2 \cdot A ;$$

hieraus erhält man

$$(3a) \frac{\mu_0}{l} = \frac{L}{w^2 \cdot A}.$$

Ist R_s der Serien- (Verlust-) Widerstand der Schwingkreisanordnung, so ist die Leistung P

$$(4) P = I^2 \cdot R_s ,$$

also

$$(4a) I = \sqrt{\frac{P}{R_s}}.$$

Für die Güte Q gilt

$$(5) Q = \frac{\omega_0 \cdot L}{R_s} ,$$

und damit

$$(5a) R_s = \frac{\omega_0 \cdot L}{Q}.$$

Setzt man nun (5a) in (4a) ein, so erhält man

$$(6) \quad I = \left(\frac{P \cdot Q}{\omega_o \cdot L} \right)^{1/2},$$

und durch Einsetzen von (3a) in (2a) wird

$$(7) \quad B = \frac{L}{w^2 \cdot A} \cdot w \cdot I = \frac{L I}{w A};$$

durch Kombination mit (6) wird

$$(8) \quad B = \frac{L}{w A} \left(\frac{P \cdot Q}{\omega_o \cdot L} \right)^{1/2} = \frac{1}{w A} \left(L \cdot \frac{P \cdot Q}{\omega_o} \right)^{1/2}.$$

Ersetzt man hierin L durch (3), so wird

$$(9) \quad B = \frac{1}{w A} \left(\frac{l_o}{l} \cdot w^2 \cdot A \cdot \frac{P \cdot Q}{\omega_o} \right)^{1/2} \\ = \left(\frac{l_o}{A \cdot l} \cdot \frac{P \cdot Q}{\omega_o} \right)^{1/2}.$$

Hieraus erhält man als zugeschnittene Größengleichung unter Berücksichtigung von $l_o = 4 \pi \cdot 10^{-7} \frac{Vs}{Am}$ und $1 G = 10^{-4} \frac{Vs}{m^2}$

für B, wenn man P in Watt, f_o in MHz und den Innenraum $V = A \cdot l$ der Spule in cm^3 einsetzt:

$$(10) \quad B = \sqrt{20} \left(\frac{P \cdot Q}{V \cdot f_o} \right)^{1/2} \text{ Gauss},$$

bzw. mit $B_s = 2 B_1 = \sqrt{2} B_{eff}$

$$B_1 = \frac{\sqrt{2}}{2} B_{eff}$$

$$(11) \quad B_1 = \sqrt{10} \left(\frac{P \cdot Q}{V \cdot f_o} \right)^{1/2} \text{ Gauss}.$$

Die Zeitkonstante T_e für die Abnahme der Schwingungsweite auf den Wert $1/e$ ($\approx 37\%$) des Anfangswertes ist

$$(12) \quad T_e = \frac{Q}{\pi \cdot f_0} ,$$

$$(12a) \quad Q = T_e \cdot \pi \cdot f_0 .$$

Die Zeit T_R von 90 % bis 10 % des Ausgangswertes ist

$$(13) \quad T_R \approx 2,2 T_e ,$$

$$(13a) \quad T_e \approx \frac{T_R}{2,2} ;$$

damit wird (11) zu:

$$(14) \quad B_1 = \sqrt{10} \left(\frac{P \cdot T_e \cdot \pi}{V} \right)^{1/2} \approx \sqrt{\frac{10\pi}{2,2}} \left(\frac{P \cdot T_R}{V} \right)^{1/2}$$

$$B_1 \approx 3,8 \left(\frac{P \cdot T_R}{V} \right)^{1/2} , \text{ bzw.}$$

$$(15) \quad P \approx \frac{2,2}{10\pi} \cdot \frac{\frac{B_1^2}{G^2} \cdot \frac{V}{\text{cm}^3}}{\frac{T_R}{\mu\text{s}}} .$$

Meinem verehrten Lehrer, Herrn Prof.Dr. G. Laukien, danke ich herzlich für die Anregung und Betreuung dieser Arbeit und dafür, daß ich die Arbeit mit seiner Unterstützung durchführen konnte.

Herrn Prof. Dr.W. Wiechowski gilt mein Dank für fördernde Ratschläge und Diskussionen sowie für das Interesse, das er der Arbeit entgegengebracht hat.

Karlsruhe, im Dezember 1968

LEBENS LAUF

=====

Der Verfasser wurde am 28. Februar 1939 als Sohn des Wirtschaftsprüfers Heinrich Zeiger und seiner Ehefrau Lilli in Essen geboren. Nach dem Besuch der Volksschule und anschließend des Neusprachlichen Gymnasiums in Essen-Bredeney legte er im Frühjahr 1959 die Reifeprüfung ab. Im Anschluß an ein halbjähriges Praktikum bei der Firma Siemens & Halske begann er im folgenden Wintersemester an der Technischen Hochschule Karlsruhe das Studium der Elektrotechnik. Seine Diplomarbeit mit dem Thema "Entwurf und Aufbau eines Hochspannungs-Zeitschalters zur Steuerung einer Kerrzelle" fertigte er unter Leitung von Prof. Dr.-Ing. H. Rothe am Institut für Hochfrequenztechnik und Hochfrequenzphysik der Technischen Hochschule Karlsruhe an. Die Diplom-Hauptprüfung legte er im Januar 1965 ab. Anschließend arbeitete er als wissenschaftlicher Mitarbeiter von Prof. Dr.rer.nat. G. Laukien an seiner Dissertation.

